

VŠB – Technická univerzita Ostrava
Fakulta strojní
Katedra mechanické technologie

Zvýšení efektivity procesu ECAP s nově vyvinutou
geometrií nástroje

Increasing Effectiveness of the Process ECAP with New
Tool Geometry

Student: Bc. Václav DIVÍN

Vedoucí diplomové práce: prof. Ing. Stanislav Rusz, CSc.

Ostrava 2010

Místopřísežné prohlášení studenta

Prohlašuji, že jsem celou bakalářskou práci včetně příloh vypracoval samostatně pod vedením vedoucího bakalářské práce a uvedl jsem všechny použité podklady a literaturu.

V Ostravě 18.5.2010



.....

podpis studenta

Prohlašuji, že

- Jsem byl seznámen s tím, že na moji diplomovou práci se plně vztahuje zákon č. 121/2000 Sb. – autorský zákon, zejména §35 – užití díla v rámci občanských a náboženských obřadů, v rámci školních představení a užití díla školního a §60 – školní dílo.
- beru na vědomí, Vysoká škola báňská – Technická univerzita Ostrava (dále jen VŠB – TUO) má právo nevýdělečně ke své vnitřní potřebě diplomovou práci užít (§35 odst. 3).
- souhlasím s tím, že diplomová práce bude v elektronické podobě uložena v Ústřední knihovně VŠB-TUO k nahlédnutí a jeden výtisk bude uložen u vedoucího diplomové (bakalářské) práce. Souhlasím s tím, že údaje o kvalifikační práci budou zveřejněny v informačním systému VŠB-TUO.
- bylo sjednáno, že s VŠB – TUO, případě zájmu z její strany, uzavřu licenční smlouvu s oprávněním užít dílo v rozsahu §12 odst. 4 autorského zákona.
- bylo sjednáno, že užít své dílo – diplomovou práci nebo poskytnout licenci k jejímu využití mohu jen se souhlasem VŠB – TUO, která je oprávněna v takovém případě ode mne požadovat přiměřený příspěvek na úhradu nákladů, které byly VŠB – TUO na vytvoření díla vynaloženy (až do jejich skutečné výše).
- beru na vědomí, že odevzdáním své práce souhlasím se zveřejněním své práce podle zákona č. 111/1998 Sb., o vysokých školách a o změně a doplnění dalších zákonů (zákon o vysokých školách), ve znění pozdějších předpisů, bez ohledu na výsledek její obhajoby.

V Ostravě:

18.5.2010



podpis studenta

Jméno a příjmení autora práce: Bc. Václav Divín

Adresa trvalého pobytu autora práce: Pivovarská 242, Fulnek 742 45

ANOTACE DIPLOMOVÉ PRÁCE

Bc. DIVÍN, V. Zvýšení efektivity procesu ECAP s nově vyvinutou geometrií nástroje.
Ostrava: katedra mechanické technologie, Fakulta strojní VŠB – Technická univerzita
Ostrava, 2010, 62 s. Diplomová práce, vedoucí prof.Rusz, S.

Diplomová práce se zabývá hodnocením efektivity procesu ECAP. V rešeršní části je popsán současný stav vývoje metod založených na vytvoření extrémní plastické deformace s ohledem na vývoj mechanických vlastností a struktury tvářených materiálů. V experimentální části jsem provedl ověření vlivu nové geometrie kanálu na mechanické vlastnosti a strukturu materiálu, s cílem objektivního hodnocení. Provedl jsem měření tvrdosti, stanovil jsme křivky přetvárných odporů a také provedl metalografické hodnocení struktury. Součástí práce je matematická simulace, která srovnává intenzitu dosažené deformace po průchodech nástrojem ECAP. Závěrem práce je poznatek, že nová geometrie nástroje výrazně zvyšuje efektivitu procesu.

ANNOTATION OF THESIS

Bc. DIVÍN, V. Increasing Effectiveness of the Process ECAP with New Tool Geometry
Ostrava: Department of Mechanical Technology, Faculty of Mechanical Engineering
VŠB – Technical University of Ostrava, 2010, 62 p. Thesis, head: prof.Rusz, S.

The thesis is dealing with assessment effectiveness of the process ECAP. The new SPD trends were described in the introduction research with respect to evolution of microstructure and mechanical properties forming materials. In experimental part, I described influence of new tool geometry on deformation resistance and mechanical properties. Objective assessment of new tool geometry is goal of measurement. Mathematical simulation is provided in part of this thesis. Due to the effective strain simulation describing the process ECAP after passes could be compared itself with the experimental data. The thesis conclusion is increase effectiveness of the process ECAP due to new tool geometry.

OBSAH

Seznam použitých symbolů	7
Seznam použitých zkratek	8
1 ÚVOD	9
2 SOUČASNÝ STAV VÝVOJE TECHNOLOGIÍ VÝROBY VELMI JEMNOZRNNÝCH MATERIÁLŮ	10
2.1 Princip zvyšování mechanických vlastností	10
2.1.1 Zpevnění hranicemi zrn	10
2.2 Mechanismy plastické deformace v SPD procesu	12
2.3 Využití vícenásobné plastické deformace k vytvoření UFG struktury	13
2.4 Technologie výroby UFG materiálů založených na vícenásobné plastické deformaci	16
2.5 Metoda ECAP (Protlačování pravoúhlým rovnostranným kanálem)	17
2.5.1 Vývoj struktury a mechanických vlastností při použití metody ECAP v čistém Al 99,5%	19
2.5.2 Nová koncepce nástroje ECAP	22
2.6 Metoda TE (Protlačování spojené s krutem)	26
2.6.1 Vývoj struktury a mechanických vlastností při použití metody TE v čistém Al 99,9%	28
3 EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST	33
3.1 Nová geometrie nástroje ECAP	33
3.2 Vybraný materiál	35
3.3 Stanovení křivek přetvárných odporů Al 99,5%	37
3.4 Stanovení křivek přetvárných odporů AlMn1Cu	38
3.5 Měření tvrdosti	42
3.5.1 Měření tvrdosti dle Vickerse Al 99,5%	43
3.5.2 Měření tvrdosti dle Vickerse AlMn1Cu	45
3.6 Metalografické hodnocení struktury	48
4 MATEMATICKÁ SIMULACE	53
5 CELKOVÉ VYHODNOCENÍ	56
6 ZÁVĚR	58
Seznam použité literatury	59
Poděkování	61

Seznam použitých symbolů

σ_y	obecná mez kluzu	[MPa]
σ_0	napětí potřebné pro překonání Peierls-Nabarrova třecího napětí mřížky	[MPa]
τ_{krit}	kritické smykové napětí pro překonání odporu mřížky	[MPa]
k	konstanta vyjadřující potřebné střihové napětí pro uvolnění nahromaděných dislokací	[-]
d	rozměr zrna	[μm]; [nm]
ϵ_{VM} ; $\epsilon_{max,min,stř}$	intenzita deformace (maximální, minimální, střední)	
Φ	úhel přechodu dvou kanálů (vnitřní úhel)	[°]
Ψ	úhel zaoblení přechodu kanálu (vnější úhel)	[°]
N,n	počet průchodů nástrojem	
R_e	mez kluzu	[MPa]
R_m	mez pevnosti	[MPa]
A	tažnost	[%]
f	konstanta smykového tření	[-]
$R_{1,2}$	poloměr zaoblení kanálu	[mm]
$HV_{5/20s}$	tvrdost dle Vickerse (5kg zatížení/čas zatěžování)	[kg.mm ⁻²] ;[HV]
$d_{1,2}$	úhlopříčka vtisku	[mm]
$HV_{1,2}$	tvrdost stanovená z úhlopříčky vtisku d_1 nebo d_2	[HV]
γ	úhel stoupání šroubovice v dané části kanálu	[°]
$R_{p0.2}$	smluvní mez kluzu	[MPa]
E	modul pružnosti	[MPa]; [GPa]
ν	poissonova konstanta	
H_v	vrubová houževnatost	[MPa]
F	síla	[N]
m	zatížení v kilogramech	[kg]
g	gravitační konstanta	
$T_{O,N,M,P}$	teplota (okolí, nástroje, materiálu, při protlačování)	[°C]

Seznam použitých zkratk

UFG	velmi jemnozrná struktura (1000-100 nm)
NC	nanostruktura (10-100 nm)
SPD	vícenásobná plastická deformace
ECAP	proces protlačování rovnostranným pravoúhlým kanálem
GBS	skluz po hranicích zrn
TE	proces protlačování s vloženou šroubovicí v nástroji
HPT	proces zpevňování krutem za vysokého tlaku
TEM	transmisní elektronový mikroskop
EBS	elektronová difrakce zpětného rozptylu
AFS	elektronová mikroskopie - sledování atomárních sil na povrchu

1 ÚVOD

V současné době je věnována velká pozornost vývoji velmi jemnozrnné struktury v materiálech (zejména v polotovarech) ve všech významných vědeckých institutech i univerzitách. Jedná se o struktury s velikostí zrna v řádech $1\mu\text{m}$ – 100 nm - jemnozrnná struktura (UFG) nebo pod 100 nm - nanostruktura (NC). UFG a NC materiály se vyznačují výbornými mechanickými vlastnostmi překonávající vlastnosti současně vyráběných kovů stejného chemického složení. Při pohledu do budoucna je zřejmé, že takovéto materiály budou využity v oblastech průmyslu, kde se díky těmto materiálům sníží hmotnost konstrukcí při zachování vysoké pevnosti, přičemž uspokojivá houževnatost přispěje k bezpečnosti konstrukce (oceli a slitiny neželezných kovů v automobilovém průmyslu, slitiny hliníku a hořčíku v leteckém průmyslu). Vysoká pevnost a houževnatost v kombinaci s biokompatibilitou zabezpečí větší životnost součástí (titan v implantátech) [1].

Velmi efektivní metoda, která vede ke zjemnění struktury kovů, je využití vícenásobné plastické deformace (SPD) o střední velikosti zrna, které nelze dosáhnout běžnými konvenčními postupy tváření. Tato metoda je předmětem základního i aplikovaného výzkumu. Nově vyvíjené technologie využívají extrémní plastické deformace k vytváření UFG a NC struktury. Výzkum je především zaměřen na výrobu materiálů z neželezných kovů a jejich slitin (na bázi Al, Mg, Cu), neboť ty se vyznačují velmi dobrými mechanickými vlastnostmi při zachování dobré tvárnosti a v neposlední řadě se vyznačují tím, že je jejich měrná hmotnost je nižší v porovnání s běžně dostupnými ocelovými materiály

Metody SPD najdou uplatnění především v malosériové výrobě, kde není kladen důraz na velký objem vyrobených materiálů, avšak je požadováno specifických materiálových vlastností a dále pak vysoká cena vyrobených materiálů je akceptována tržním prostředím.

2 SOUČASNÝ STAV VÝVOJE TECHNOLOGIÍ VÝROBY UFG MATERIÁLŮ

2.1 Princip zvyšování mechanických vlastností materiálů

Aby bylo dosaženo vysoké pevnosti při uspokojivé svařitelnosti, používají se různé v mnoha případech sofistikované způsoby ovlivňování struktury. Výsledkem výzkumu podstaty pevnosti převážně kovových materiálů bylo určení několika mechanismů zpevňování. Zjemnění velikosti zrna má za následek jak zvýšení pevnosti, ale zároveň vede ke snížení plastických vlastností materiálů. Níže stručně definuji již známé mechanismy zpevnění struktury, se zaměřením na mechanismy, které je možno sledovat při vývoji struktury po deformaci stříhem v metodě protlačování rovnostranným pravoúhlým kanálem (ECAP).

2.1.1 Zpevnění hranicemi zrn

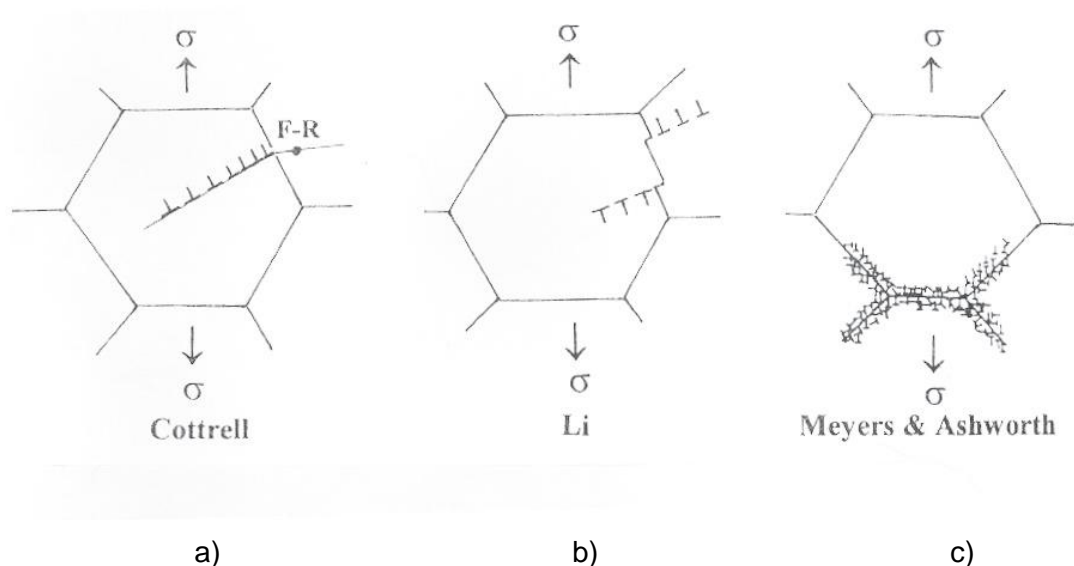
Je známým faktem, že pevnost a tvrdost materiálu roste s klesající velikostí zrn v jejich struktuře (zvětšuje se plocha hranic zrn). V 50. letech minulého století N. J. Petch a E. O Hall zformulovali nezávisle na sobě dnes již známý Hall-Petchův vztah závislosti pevnostních vlastností polykrystalických materiálů na velikosti zrn ve tvaru [2].

$$\sigma_y = \sigma_0 + k \cdot d^{-1/2} \quad (1) [2]$$

Ze vztahu (1) plyne, že se zmenšujícím se rozměrem zrn roste mez kluzu v daném materiálu. Toto tvrzení platí také pro polykrystalické materiály. Rozsáhlá použitelnost Hall-Petchova vztahu jej činí jedním z nejdůležitějších vztahů v nauce o materiálech. Avšak, je sporná jeho platnost při velmi velkých a velmi malých velikostech zrn. Chyba je do vztahu také vnášena s definicí veličiny velikosti zrna, protože zrna nejsou vždy rovnoosá. Platnost vztahu byla tedy zaměřena na zjištění mezí platnosti Hall-Petchova vztahu. Hlavně se zkoumaly mechanismy, kterými se vztah řídí v oblasti UFG a NC struktury jejímž předpokladem je zvýšení pevnosti a zachování nebo jen omezené snížení tvářitelnosti materiálů.

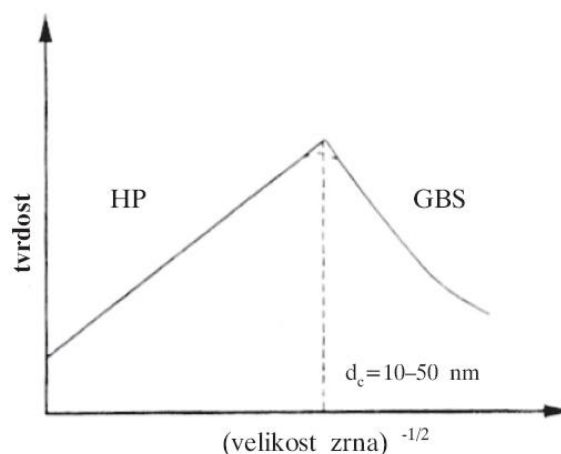
Vztah byl vysvětlen několika mechanismy, z nich 3 nejpodstatnější pro deformaci stříhem v procesu ECAP uvádím níže.

- Nahromadění dislokací před hranicí zrna, které při určitém napětí aktivují Frank-Readův zdroj v sousedním zrně a deformace se šíří zrnem a posléze celým materiálem (Cottrell - a) [3]
- Generace dislokací na výběžcích hranic zrn, vznikající při deformaci (Li - b) [4]
- Generace dislokací vytvářející na hranicích zrn vytvrzující vrstvu. (Myers a Ashworth - c) [5]



Obr. č. 2.1.1 - tři mechanismy popisující Hall-Petchův vztahu [3]-a, [4]-b, [5]-c

Platnost Hall-Petchova vztahu (1) byla ověřena. Vztah platí pro polykrystalické materiály až do rozměru zrna cca 50 nm, což je oblast nano materiálů. Poté se pevnost popř. tvrdost, přestane zvyšovat, případně a může i klesat. V této oblasti začíná dominovat mechanismus nazývaný, skluz po hranicích zrn (GBS) a přestávají zde působit dislokační mechanismy (obr.č. 2.1.2). [6]



Obr.č. 2.1.2 – Závislost tvrdosti na velikosti zrna na hranici platnosti Hall-Petchova vztahu (HP – Hall-Petchův vztah, GBS – pokluzy po hranicích zrn) [6]

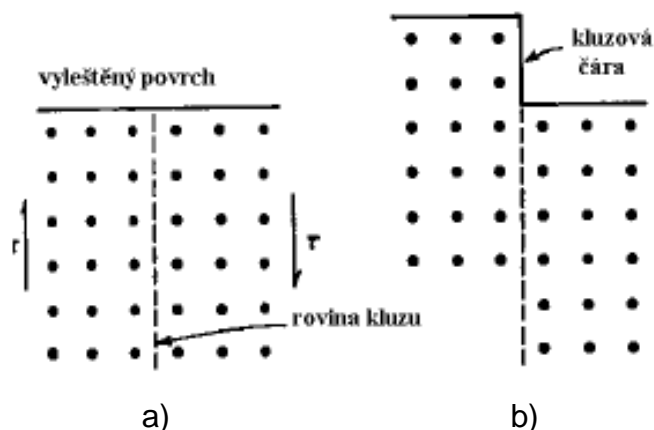
Je třeba zdůraznit, že v polykrystalických materiálech mohou způsobit zpevnění i další mechanismy, jako zpevnění tuhého roztoku atomy příměsí, precipitační vytvrzování, dislokační zpevnění. Ovšem tyto mechanismy nedefinují podstatu procesu ECAP, proto se jimi již nebudu zabývat v další části práce. Zpevnění – nahromaděním dislokací na hranicích zrn je tak dominantním jevem s ohledem na použitý materiál (Al a jeho slitiny) při experimentech a použité technologii vytváření UFG struktury (ECAP).

2.2 Mechanismy plastické deformace v SPD procesu

Nejdůležitějším mechanismem plastické deformace za studena i za tepla je dislokační skluz, ten se projevuje nejvíce při zatížení smykovým napětím. Je to jeden z hlavních předpokladů při návrhu metod založených na využití SPD procesu (ECAP, TE). Tyto metody jsou předmětem analýz provedených v diplomové práci.

Základním faktorem u výše uvedeného procesu je posun atomů v mřížce, po překročení kritického smykového napětí, o celistvý násobek meziatomové vzdálenosti. Dochází k vytvoření kluzových čar na povrchu materiálu. Kluz nejnáze vzniká ve směrech, které jsou nejhustěji obsazeny atomy v kluzových rovinách. Kubická plošně centrovaná mřížka má 12 kluzových rovin, z čehož vyplývá, že kovy krystalizující právě v této mřížce jsou dobře tvářitelné (např. kovy Al, Au, Cu). Ostatní typy mřížek mají omezený počet kluzových rovin, je to hlavní důvod, proč Al a jeho slitiny jsou

základním předmětem výzkumu založených na využití SPD. Kritické smykové napětí τ_{krit} se v kubické plošně centrované mřížce dosahuje hodnoty 0,4 – 1,3 MPa. [7]

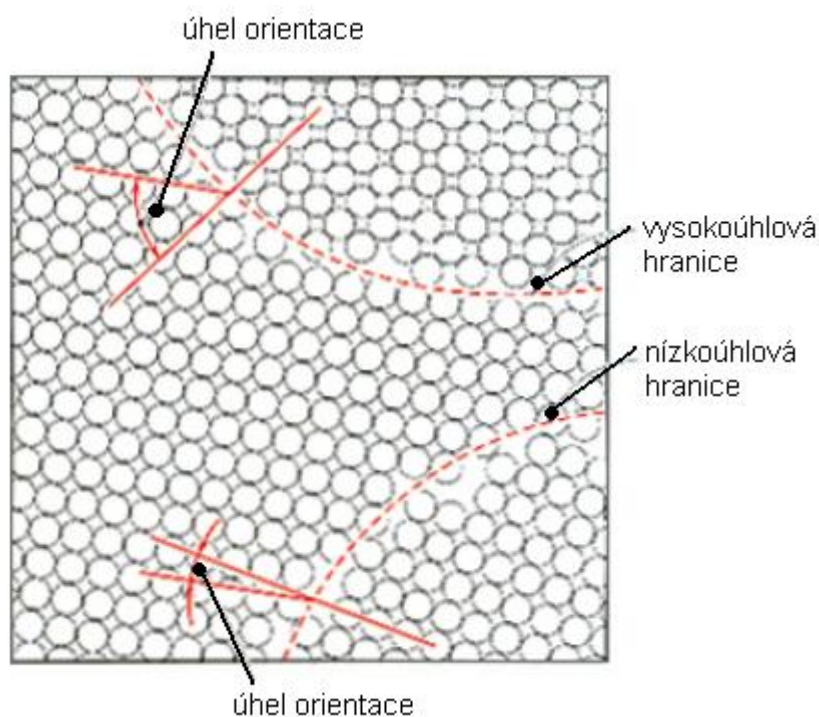


Obr.č. 2.2.1 a) Krystal zatížený smykovým napětím; b) posunutí povrchu o násobek meziatomové vzdálenosti [7]

2.3 Využití vícenásobné plastické deformace k vytvoření UFG struktury

Jak jsem uvedl výše, proces zjemnění struktury v průběhu plastické deformace vychází z dislokačních mechanismů. Daný efekt byl pozorován v kovech a jejich slitinách s kubickou plošně centrovanou mřížkou (Al, Cu, Ni). Plastická deformace generuje v mřížkách dislokace o velké hustotě. Dislokace jsou uspořádány v odlišných konfiguracích, které závisí na krystalické struktuře materiálu. Dislokace neboli poruchy v krystalech vedou ke vzniku dislokačních stěn na skluzových rovinách (stříhové pásy), dislokačních smyček a dislokačních buněk. Vzájemné působení dislokací vede k tvorbě subzrn s nízkoúhlovými hranicemi. Subzrna se dále vyvíjí při působení intenzivní plastické deformace, což vede k tvorbě vysokoúhlových hranic a zapříčiňuje další dělení původního zrna. Při plastické deformaci se zrna pohybují. Pohyb nízkoúhlových hranic zrn probíhá podle zmíněných dislokačních mechanismů. Pohyb vysokoúhlových hranic je zprostředkován přenosem atomů mezi sousedními zrny. Rychlost přenosu je závislá na struktuře hranic, atomech vměstků (nečistot) v hranici a teplotě. Atomy vměstků mohou spolehlivě pohyb zrn blokovat. K překonání blokace je pak zapotřebí vyvinutí velké deformace. Proces je zároveň závislý na rychlosti deformace a teplotě. [8]

Polykrystalický kov je soubor nahodile orientovaných zrn o různých velikostech. Zrna jsou rozdělena hranicemi. Orientace kluzových čar a pásů v znu je funkcí orientace mřížky. Na hranicích dvou sousedních zrn se setkávají různě orientované skluzové roviny, které svírají různé úhly. Právě úhel těchto rovin rozděluje hranice na nízkoúhlové a vysokoúhlové hranice, přičemž mezním úhlem je úhel $10-15^\circ$ (obr.č.2.3.1).



Obr.č. 2.3.1 – schéma vysokoúhlové a nízkoúhlové hranice zrn [8]

Samotný proces vícenásobné plastické deformace, který vede ke zjemnění struktury, závisí na několika činitelích. Kromě uvedené struktury mřížky jsou to níže uvedené faktory.

- Struktura před deformací (velikost zrn, mikrostruktura)
- Částice druhé fáze
- Deformační rychlost a teplota deformace
- Velikost deformace, deformační cesta

Výchozí velikost zrn ve velké míře ovlivňuje proces zjemňování, spolu s částicemi jiné fáze ve struktuře (u lehkých kovů přítomnost precipitátů). Zjemňování je obtížnější při zmenšující se velikosti zrn, protože je znesnadněna tvorba stříhových pásů a tím i dělení zrn. Velká zrna v řádech μm urychlují zjemnění zrn.

Nejemnější struktury je možno dosáhnout při nízkých teplotách a odpovídajících rychlostech deformace. Naopak vyšší teplota může být využita při řízené rekrytalizaci, avšak velikost zrn získaných při tomto procesu se pohybuje v řádu 1-5 μm (slitiny Al). Struktura tak není posuzována jako UFG struktura.

Mechanismy zjemňování zrna se mění v závislosti na velikosti deformace. P.B. Pragnell [9] rozdělil vliv velikosti nárůstu deformace do čtyř oblastí. Jedná se hodnocení výsledků dosažených při deformování kovů s kubickou plošně centrovanou mřížkou metodou ECAP, za použití deformační cesty B_C :

- malá intenzita deformace ($\epsilon_{VM} < 2$)
- malá až střední intenzita deformace ($\epsilon_{VM} = 2-4$)
- střední až vysoká intenzita deformace ($\epsilon_{VM} = 4-6$)
- extrémní intenzita deformace – SPD ($\epsilon_{VM} > 6$)

Toto rozdělení bylo provedeno experimentálně na vybraném typu Al slitiny. Z toho důvodu se mohou jednotlivé strukturní změny lišit v různých typech materiálů. Nelze chápat vývoj struktury obecně jen podle dosaženého stupně deformace.

Vytvoření malých deformací procesem ECAP ve slitině Al vede k tvorbě subzrn z původních zrn o velikosti rozdělené do čtyř rozměrových stupnic. Nejhrubší subzrna se prodlužovaly a vznikaly primární stříhové pásy, byly pozorovány vysokoúhlové hranice zrn. U jemnějších subzrn byly uvnitř primárních stříhových pásů pozorovány pravidelné vrstvy bloků buněk, přerušovaných mikropásy. Bloky buněk ve vrstvách měly malou desorientaci kolem 3° . Dislokační hranice uvnitř bloků buněk byly zachyceny v subzrnech nejmenších rozměrů. Při větší deformaci byly zjištěny rostoucí desorientace hranic zrn. Vznikly tak vysokoúhlové hranice zrna s desorientací kolem 30° . Ovšem podíl vysokoúhlových hranic v objemu vzorku byl menší než podíl nízkoúhlových hranic.

U středních velikostí deformace se projevila vláknitá struktura. Při deformacích větších než 3,5 se projeví vysokoúhlové hranice zrn uspořádané ve směru stříhového namáhání – tvořila se „lamelární“ struktura, podobná té, která se pozoruje při válcování se srovnatelnými hodnotami deformace. Primární stříhové pásy se dále dělily, což vedlo k tvorbě dalších příčných hranic zrn a dalšímu zmenšení zrn. Ovšem tento proces je uvnitř stříhových pásů nehomogenní.

Při výši deformace - cca 5 se projevuje větší míra protažení zrn. Byl zde patrný

velký rozdíl mezi šířkou a délkou zrn. Vzájemná vzdálenost hranic lamel dosahovala, co se týká šířky, rozměrů jednoho subzrna. Uvnitř těchto nestabilních pásů se objevilo malé množství malých zrn submikrometrické velikosti.

Při intenzitě deformací $\varepsilon_{VM} > 6$ bylo pozorováno postupné lámání tenkých protažených zrn na kratší segmenty, a to až do vytvoření UFG struktury, která je homogenní ve větší části objemu materiálu. Při dosažení submikrometrické šířky zrn je rychlost tvorby dalšího zjemňování zrn velmi nízká. Toto je dáno tím že protažená zrna jsou velmi stabilní a nedělí se ani při velkých deformacích. Další dělení by mohlo být možné jen případnou změnou cesty deformace, avšak cesta B_c se jeví jako nejefektivnější a z tohoto pohledu je pak další změna cesty neúčinná. Spíše by teoreticky mohlo být další zjemnění provedeno jinou SPD metodou např. HPT, ovšem z ekonomického hlediska je toto řešení málo efektivní. [9]

V neposlední řadě má významný vliv na jemnění zrna vhodná volba deformační cesty. SPD metody jsou založeny na zamezení volného plastického tečení v materiálu. Přičemž u metod ECAP a TE (kterým se budu věnovat níže) je zamezen tok materiálu kolmo na osu protlačování. Volba cesty deformace úzce souvisí s danou metodou SPD, z toho důvodu se nejefektivnější cestě pro každou metodu budu věnovat zvláště při popisu jednotlivých metod níže v mé práci.

Důležité je také připomenout vliv hydrostatického tlaku při plastické deformaci. Dále vliv protitlaku, který se používá u metody CEC, ECAP a TE. Vliv hydrostatického tlaku se rovněž projeví při metodě HPT. Zvýšení hydrostatického tlaku za následek zvýšení hustoty dislokací ve struktuře.

2.4 Technologie výroby UFG materiálů založených na vícenásobné plastické deformaci

Cílem SPD technologií je dosažení v tvářených materiálech (zejména polotovarech) UFG struktury. Při návrhu SPD metod se používá několik základních předpokladů, které jsou nezbytné pro dosažení této velmi jemnozrnné struktury. Především jsou to:

- intenzita deformace musí dosáhnout $\varepsilon_{VM} = 4$ až 6
- tváření musí být prováděno při nízkých homologických teplotách
- ve struktuře chceme dosáhnout převážně struktury s vysokoúhlými hranicemi

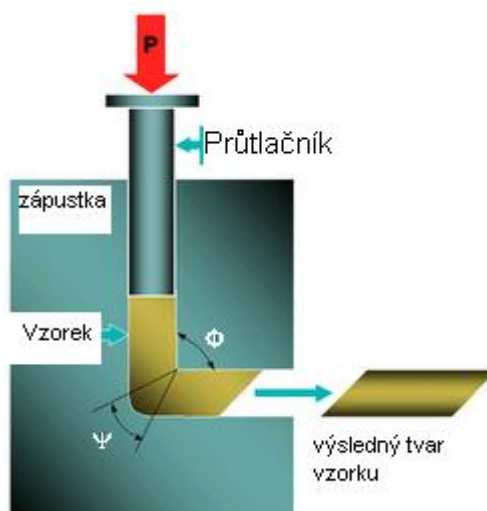
zrn

- docílení stability vlastností materiálu rozměrovou homogenitou struktury
- v materiálu se nesmí vyskytovat makro ani mikro trhliny

Další specifické požadavky popíši při popisu jednotlivých SPD metod. Všechny popisované SPD metody využívají deformační mechanismus zvaný stříh neboli stříhové namáhání. V dnešní době je vývoj těchto metod soustředěn do dvou směrů. Jedním je vývoj kontinuálních SPD metod. Druhý směr je protlačování po jednotlivých dávkách s cílem zefektivnění procesu, dosažení většího stupně deformace změnou konstrukčních parametrů nástroje. V této práci se zaměřím především na druhý směr vývoje, protože zadání práce i koncipování experimentální části práce je zaměřeno na protlačování po jednotlivých dávkách. Podrobněji popíši metody ECAP a TE. Zaměřím se na efektivitu přípravy UFG struktury. U jednotlivých metod uvedu nejnovější dosažené výsledky zjemnění struktury a mechanických vlastností se zaměřením na lehké kovy především pak Al a jeho slitiny. [10]

2.5 metoda ECAP (protlačování rovnostranným pravoúhlým kanálem)

ECAP neboli protlačování pravoúhlým rovnostranným kanálem využívá k vytvoření UFG struktury deformaci stříhem. Cílem metody je vytvoření extrémní plastické deformace v materiálu bez změny průřezu vzorku. Díky tomu, že vzorek nemění svůj průřez je možno využít kumulace mechanismů deformačního zpevnění po jednotlivých průchodech nástrojem. [10]



Obr.č. 2.4.1 – Schéma metody ECAP

Dosažení extrémní plastické deformace je možné pouze opakovaným protlačováním vzorků nástrojem. Protlačování je realizováno průchodem vzorků nástrojem, ve kterém se protínají dva kanály svírající úhel obvykle 90° (obr.2.4.1), daný úhel se může měnit. Právě při průchodu vzorku oblastí, kde se kanály protínají, dochází ke stříhovému namáhání s intenzitou deformace po jednom průchodu obvykle rovnu 1. Tato hodnota je závislá na vnitřním a vnějším úhlu kanálu nástroje viz. vzorec (2).

$$\varepsilon_{VM} = \frac{2 \cdot n}{\sqrt{3}} \cdot \left[\cot\left(\frac{\phi}{2} + \frac{\psi}{2}\right) + \psi \cdot \frac{1}{\sin\left(\frac{\phi}{2} + \frac{\psi}{2}\right)} \right] \quad (2- \text{Y.Iwahashi}) [11]$$

Z výše uvedeného vztahu vyplývá, že dosažením většího stupně deformace po jednom průchodu lze docílit úpravou geometrie kanálu. Optimální geometrie kanálu byla zkoumána v mnoha pracích, z výsledků se jeví jako optimální úhly $\Phi = 90^\circ$ a $\Psi = 20^\circ$. N ve vztahu zohledňuje počet průchodů nástrojem, čímž se počítá s kumulací intenzity deformace po jednotlivých průchodech. Dalším parametrem, který ovlivňuje výslednou strukturu a tím i mechanické vlastnosti je vhodná volba deformační cesty. Rotací vzorku je možné měnit polohu stříhové namáhání ve vzorku. Při ECAP procesu je možno použít 4 odlišné cesty deformace. [12]

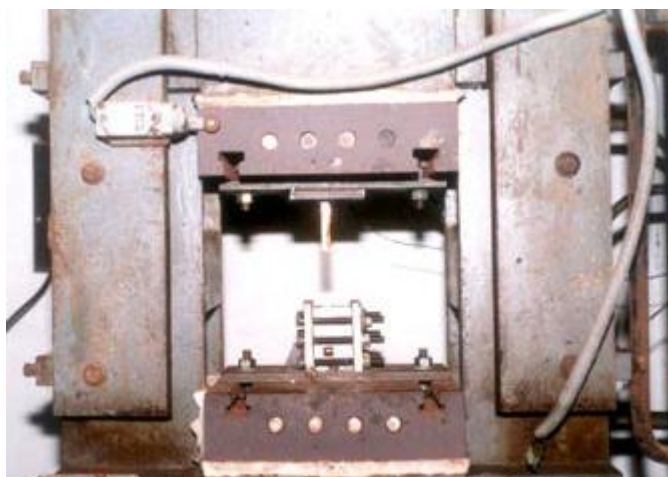
- Cesta A – vzorkem se po průchodu nástrojem neotáčí
- Cesta B_C – vzorkem se po průchodu otáčí o 90° ve směru hodinových ručiček
- Cesta B_A – vzorkem se po průchodu otáčí střídavě o 90° ve směru a proti směru hodinových ručiček
- Cesta C – vzorkem se otáčí po průchodu v podélné ose o 180°

Z výsledků mnoha experimentů vyplynulo, že deformační cesta B_C, při použití úhlu $\Phi = 90^\circ$ je optimální pro vznik UFG struktury s vysokoúhlovými hranicemi zrn. Úhel Φ výrazně ovlivňuje mikrostrukturu vzorku, a určuje velikost stříhové deformace po průchodu nástrojem ECAP. Menší úhel Φ vyvolává ve vzorku vyšší stříhovou deformaci a je tedy účinnější při zjemnění struktury. Velikost úhlu Φ v rozmezí 90° až 160° byla zkoumána na hliníku (Nakashima) za použití cesty B_C. Závěrem bylo zjištěno, že nejúčinnějšího zjemnění lze dosáhnout při úhlu $\Phi = 90^\circ$. Pro hůře tvárné materiály (Ti a jeho slitiny popř. oceli) se používá úhel $\Phi = 120^\circ$ při vyšší teplotě

protlačování [13] . Rozvoj mikrostruktury v závislosti na vytvořené intenzitě deformace při protlačování nástrojem ECAP v Al slitině byl popsán v předchozí kapitole (2.3).

2.5.1 Vývoj struktury a mechanických vlastností při použití metody ECAP v čistém Al 99,5%

Metoda ECAP patří k velmi využívaným metodám vyvážení SPD deformace. Ovšem výsledná mikrostruktura se pohybuje u Al slitin kolem 300 – 400 nm. U 99,9% Al lze dosáhnout velikosti zrna kolem 620 nm. Struktura je jemnozrnná. V této práci budu proces ECAP hodnotit z hlediska efektivity vytváření UFG struktury převážně na čistém Al a jeho slitinách, a to z důvodu volby stejného zkušebního materiálu u vlastních experimentů. Dosažené výsledky tak budou dobře srovnatelné.



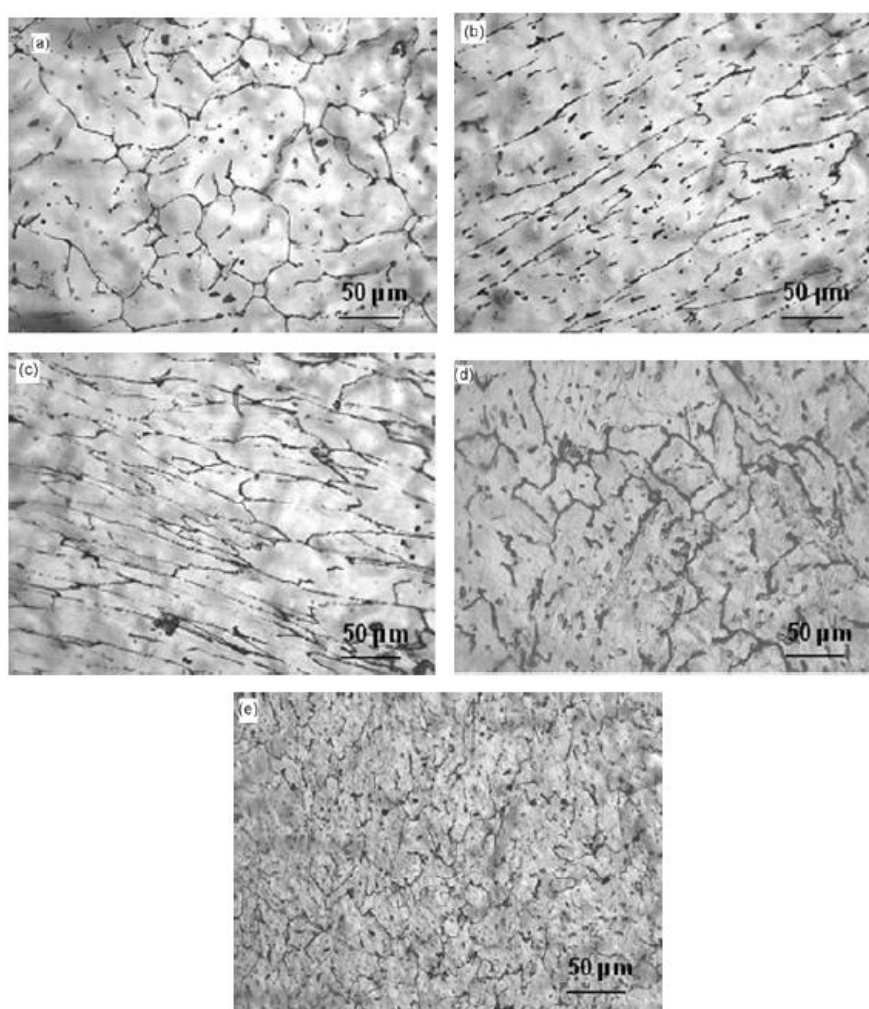
Obr.č. 2.5.1 – hydraulický lis s ECAP nástrojem [12]

Vzorky čistého Al 12x12 mm v průřezu a o délce 55 mm byly protlačovány nástrojem ECAP s geometrií kanálu $\Phi = 90^\circ$ a $\Psi = 20^\circ$. K protlačování byl použit hydraulický lis. Protlačování se provedlo cestou B_C . Vzorky byly protlačovány 8 průchody. K zjištění výsledné mikrostruktury byl použit optický mikroskop a mikroskop atomárních sil (AFM). U vzorků byla také měřena tvrdost dle Vickerse. Níže uvádím chemické složení 99.5% Al (tab.2.5.1). [12]

Si	Fe	Ti	V	Cu	Mn	Al	ostatní
0.07%	0.34%	0.001%	0.008%	0.001%	0.004%	99.557%	0.002%

Tab. 2.5.1 – chemické složení 99.5% Al [12]

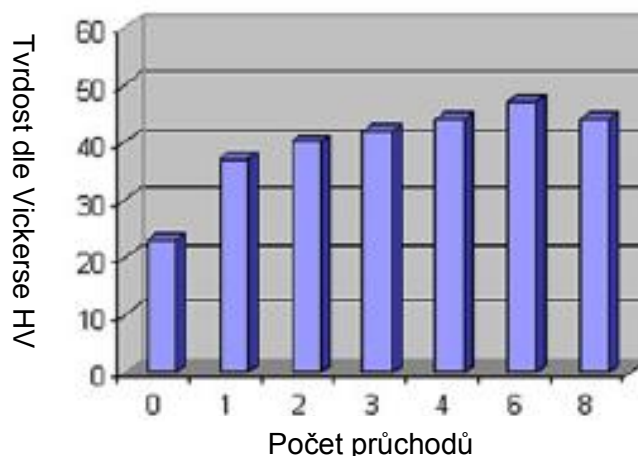
Hliník se ve výchozím stahu skládal ze zrn o velikosti 150 μm . Po prvním průchodu nástrojem byla původní zrna nerovnoměrně prodloužena. Po druhém průchodu stříhové pásy postupně zmizely a vytvořily se relativně rovnoosá zrna, v důsledku zvýšení intenzity deformace a využitím rotace vzorku. S větším počtem průchodů vzrostla hustota dislokací ve vzorku, což vedlo k vytvoření jemnozrné struktury po 8. průchodech s relativně rovnoosými zrny. Z toho důvodu, nelze vytvořenou strukturu zachytit optickým mikroskopem. Vývoj struktury lze dobře zachytit AFM nebo TEM mikroskopem. Tímto způsobem byla určena průměrná velikost zrna po 8 průchodech na 620 nm. [12]



Obr. 2.5.2 – Mikrostruktura 99,5% Al (optický mikroskop); a) výchozí stav;
b) 1. průchod; c) 2. Průchod; d) 3.průchod; e) 4.průchod ECAP nástrojem[12]

Tvrдост je vhodný zástupným představitelem pevnostních vlastností materiálu, proto se hodnotil její vývoj v závislosti na počtu průchodů nástrojem ECAP (obr. 2.5.3). Bylo zjištěno, že výrazného zvýšení tvrdosti lze dosáhnout již po jednom průchodu nástrojem. Po druhém, až do šestého průchodu se tvrdost zvyšovala poměrně méně.

Po šestém průchodu došlo ke snížení tvrdosti. Růstu tvrdosti v materiálu je přisouzen vlivu deformačního zpevnění po jednotlivých průchodech. [12]



Obr. 2.5.3 – vývoj tvrdosti 99.5% Al po jednotlivých průchodech ECAP nástrojem [12]

Vývojem struktury hliníku a jeho mechanických vlastností se zabývalo mnoho autorů. Výsledky experimentů jsou srovnány níže (tab.2.5.2). Tyto výsledky také budou předmětem srovnání s dosaženými experimentálními výsledky v této práci.

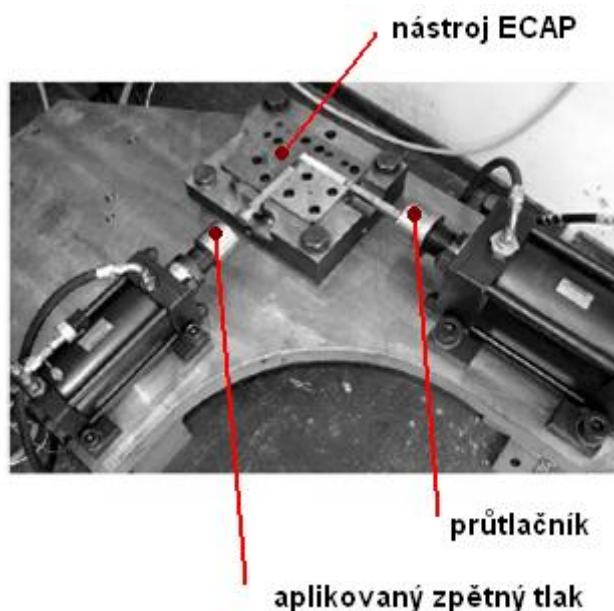
materiál	parametry nástroje		počet průchodů	dosažená tvrdost	velikost zrna	
	úhly kanálu	deformační cesta			před ECAP(μm)	po ECAP(nm)
čitý Al (99.99%) (Iwahashi 1997)	$\Phi = 90^\circ$ $\Psi = 20^\circ$	C	8	38 HV	-	1000 nm
čitý Al (99.99%) (Nakashima 2000)	$\Phi = 90^\circ$ $\Psi = 30^\circ$	C	5	38 HV	-	-
čitý Al (99.99%) (Xu 2005)	$\Phi = 90^\circ$ $\Psi = 20^\circ$	B _C	4	42 HV	-	1300 nm
čitý Al (99.99%) (Xu and Langdon 2003)	$\Phi = 90^\circ$ $\Psi = 20^\circ$	B _C	4	43,2HV	-	-
čitý Al (99.99%) (Iwahashi 1998)	$\Phi = 90^\circ$ $\Psi = 20^\circ$	B _C	4	35 HV	-	1300 nm
čistý Al (99.5%) (Saravanan 2006)	$\Phi = 90^\circ$ $\Psi = 20^\circ$	B _C	8	44 HV	150	620 nm

Tab.2.5.2 – srovnání dosažených výsledků mikrostruktury a tvrdosti po ECAP [12]

Procesem ECAP lze tedy dosáhnout v čistém hliníku (99.5%) UFG strukturu o velikosti zrn 620 nm po osmi průchodech nástrojem. Tvrdost se zvýšila z 23 HV na 47 HV po šesti průchodech, poté následoval mírný pokles tvrdosti. Z výsledků je patrné, že počet průchodů nástrojem má výrazný vliv na dosažené výsledky.

2.5.2 Modifikace nástroje ECAP

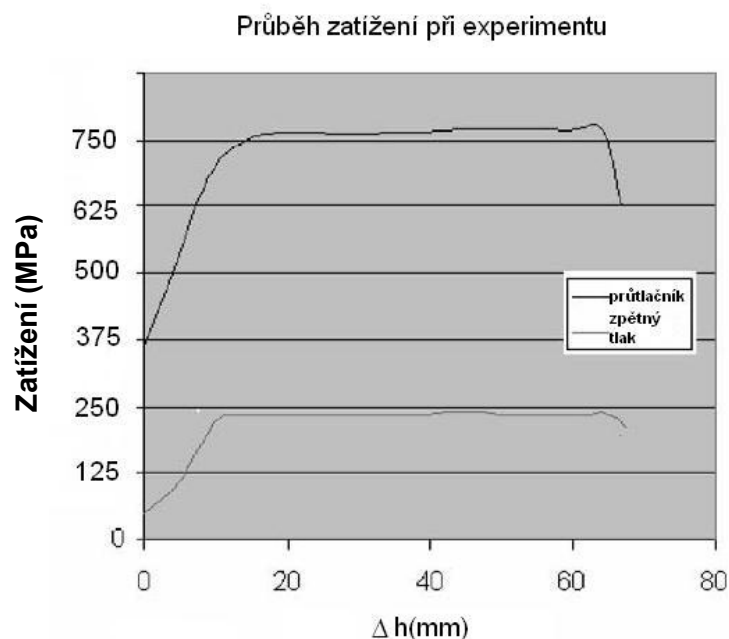
Základním parametrům ovlivňujícím procesu ECAP jako jsou počet průchodů nástrojem, cesta deformace, rychlost deformace, teplota a úprava geometrie nástroje byla již věnována pozornost v minulosti. Použití zpětného tlaku při procesu bylo popsáno jen v několika málo pracích. Účinek zpětného tlaku (protitlaku) může být významný pro slitiny s nízkou tažností – jedná se především o práškové polotovary a slitiny Mg (zde je důležitá optimální teplota tvářecího procesu) tvářené procesem ECAP, které by jinak nebylo možné tvářet. Při aplikování zpětného tlaku klesá výskyt poškození v přetvářeném vzorku, protože vyvolané stříhové napětí je vyšší díky hydrostatickému napětí působícímu opačným směrem. Vliv zpětného tlaku byl ověřován na hliníkové slitině Al s 5% obsahem Fe. Takto upravený nástroj je zobrazen na obr.2.5.4. K protlačování je využito hydraulických pístů.



Obr.2.5.4 – Nástroj ECAP s využitím zpětného tlaku [14]

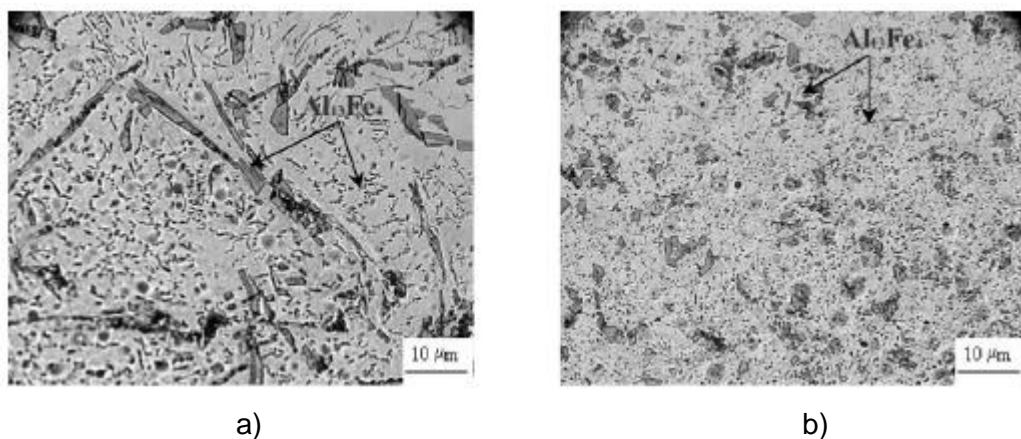
Pro experimenty byly z ingotu, vyrobeny vzorky 20 x 20 - 85 mm. Slitina byla vyrobena tavením čistého hliníku a oxidů železa jako se vyrábí kelímková ocel při teplotě 1100°C po dobu 2 h. Průběh zatížení během experimentu je uveden na obr. 2.5.5. Protlačování probíhalo při pokojové teplotě při protlačovací rychlosti 2mm.s⁻¹. Intenzita deformace byla 1,15 po jednom průchodu. Zkoumal se účinek zpětného tlaku při 40, 100, 250, 275 MPa, po 8 a 16 průchodech nástrojem. S úpravou nástroje se

také ověřoval způsob tepelné stability a vliv stárnutí slitiny po procesu ECAP. Vzorky byly ohřívány vzduchem při 100 - 300°C po dobu 15 – 300 min. Poté byla zjištěna tvrdost v závislosti na teplotě žhání a době, po kterou bylo žhání aplikován. Vzorky k ověřování vlastností a struktury slitiny byly odebrány s centrální části zkušebního materiálu, kde se předpokládá jemnozrná struktura vyvolaná čistou stříhovou deformací. Tvrdost vzorku byla měřena dle Vickerse při zatížení 1 kg po dobu 15s.



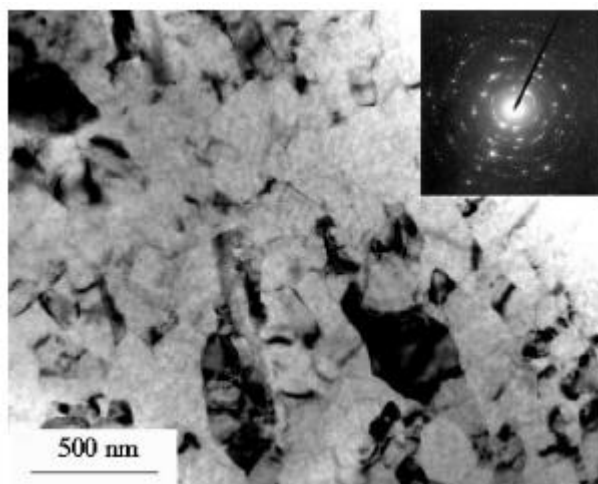
Obr.2.5.5 –zatížení během experimentu [14]

Výsledkem pozorování mikrostruktury bylo zjištění, že se slitina skládá ze základní matrice Al, ve které se objevují velké primární sloučeniny $Al_{13}Fe_4$ ($10 \times 80 \mu m$) a jemné eutektické sekundární $Al_{13}Fe_4$ ($2 \mu m$) (obr. 2.5.6). Objemová frakce sloučeniny $Al_{13}Fe_4$ v základní matici je kolem 13%. Po procesu ECAP se velké primární části dělily. Vznikla tak struktura s menšími rovnoměrnými částicemi než ve výchozím materiálu. Ovšem, tyto částice měly různou velikost řádově od 5 a $10 \mu m$ do $1 \mu m$. Díky velkému přetvoření nemůže být mikrostruktura podrobněji analyzována pomocí optického mikroskopu, ale je třeba využít transmisní elektronový mikroskop. [14]



Obr.2.5.6. – Optický mikroskop (slitina Al5Fe) – a)před ECAP; b)po ECAP(8 průchodů, aplikovaný zpětný tlak 275 MPa) [14]

Z TEM pozorování bylo zjištěno, že zrna jsou po procesu ECAP rovnoosá velmi jemnozrná s průměrnou velikostí zrn 325 nm (obr.2.5.7). Ve struktuře se převážně objevili vysokoúhlové hranice zrn. Velikost zrn v závislosti na počtu průchodů a na aplikovaném zpětném tlaku je uvedena v tab.2.5.3.



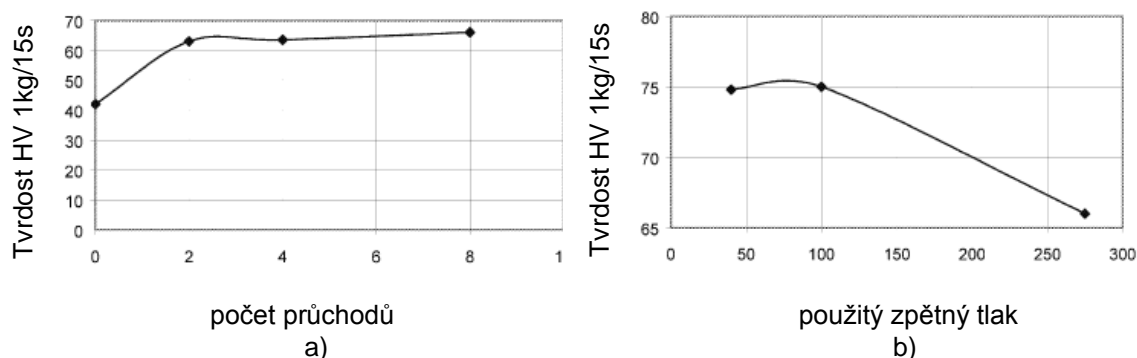
Obr.2.5.7 – TEM (slitina Al5Fe) po ECAP (16 průchodů, 275 MPa - zpětný tlak) [14]

počet průchodů	zpětný tlak (MPa)	Průměrná velikost zrn (nm)
8	40	420
8	100	430
8	275	390
16	275	325

Tab. 2.5.3. – velikost zrn po jednotlivých průchodech při odlišném zpětném tlaku [14]

Závislost tvrdosti na počtu průchodů nástrojem byla ověřována při aplikaci zpětného tlaku 275 MPa (obr.2.5.8 - a). Z výsledků můžeme usuzovat, že došlo

k výraznému zvýšení tvrdosti již po dvou průchodech nástrojem ECAP. Avšak poté se výrazně již nezvyšila.



Obr.2.5.8 a) závislost tvrdosti na počtu průchodů; b) závislost tvrdosti na zpětném tlaku po osmi průchodech[14]

Snižující se tvrdost při aplikaci vyššího zpětného tlaku souvisí s tvářitelností vzorku po ECAP procesu. Mechanické vlastnosti materiálu se vyvíjejí v závislosti na použitém zpětném tlaku. Jak již bylo uvedeno, aplikace zpětného tlaku je vhodná pro slitiny s nízkou tažností, díky ECAP s použitím vhodného zpětného tlaku, lze tažnost zvýšit. Bez použití zpětného tlaku dochází k trhlinám a znehodnocování vzorku již po dvou či třech průchodech nástrojem ECAP. Trhliny se objevují i při nižším aplikovaném zpětném tlaku. Při použití zpětného tlaku 275 MPa se již trhliny neobjevují. Zpětný tlak i počet průchodů má zásadní vliv na mechanické vlastnosti viz tab. 2.5.4. V příčném řezu se zvýšila tažnost a naopak došlo ke snížení mezí pevnosti a kluzu o 10-15% oproti stejným mechanickým vlastnostem v podélném směru.

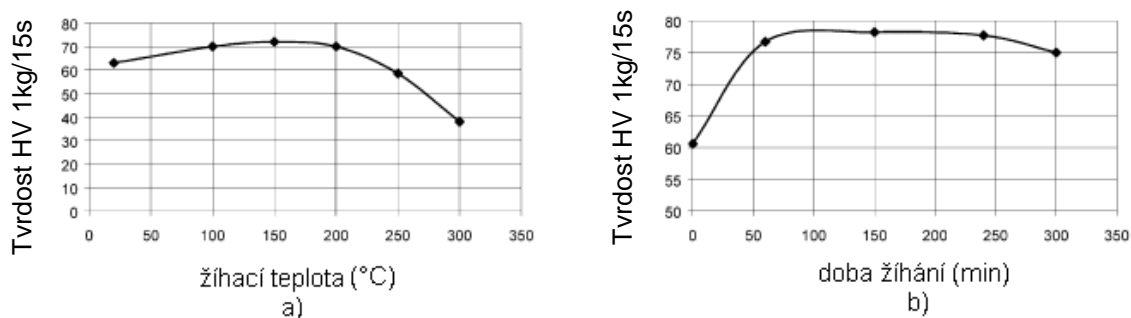
Zpětný tlak	počet průchodů		R_m (MPa)	R_e (MPa)	A (%)
	celkem	vznik trhlin			
Výchozí stav	-	-	102	70	3,4
0	2	2	-	-	-
40	8	3	261	250	2,1
100	8	5	235	195	3,4
275	8	bez trhlin	214	200	4,1
275	16	bez trhlin	244	216	5,8
			223 ^a	185 ^a	7,3 ^a
275	16		272 ^b	257 ^b	1,5 ^b

^a - příčný řez; ^b - po žíhání 175°C, 4 h

tab. 2.5.4 – mechanické vlastnosti vzorků po ECAP [14]

Tepelná stabilita slitiny po ECAP procesu byla rovněž předmětem zájmu. Zejména pak závislost na tvrdosti slitiny po 8. průchodu při použití zpětného tlaku 275 MPa (obr.2.5.9 - a). Jeví se, že slitina Al5Fe je tepelně stabilní v teplotní oblasti od 20°C do 250°C. Největší nárůst pevnosti se projevil při žíhání na teplotě 175°C po

dobu 4 h (obr.2.5.9 – b). Při teplotě vyšší než 250°C bylo pozorováno ve vzorcích změkčení a snížila se také tvrdost. Toto chování během žíhání je typické pro stárnoucí slitiny.



Obr.2.5.9 – Závislost tvrdosti na a) žíhací teplotě (po dobu 1 h); b) doba žíhání při 175°C; (po 8. průchodu a zpětném tlaku 275 MPa) [14]

Je patrné, že zpevňující efekt po procesu ECAP se projevuje více, se zvýšením zpětného tlaku a počtu průchodů. Ovšem při aplikaci zpětného tlaku 275 MPa se výrazně projevil efekt stárnutí nad teplotou vyšší než 200°C. Proto bylo nutné najít kompromisní řešení. Výsledkem pak bylo žíhání na teplotě 175°C po dobu 4h při aplikovaném zpětném tlaku 275 MPa. Maximální přírůstek tvrdosti při kombinaci protlačování a následného žíhání byl 48 HV (tab.2.5.5). Mechanické vlastnosti dosáhly hodnot $R_m = 272$ MPa a $R_e = 257$ ale snížila se tažnost na 1,5%. Tepelné zpracování mělo za následek zvýšení pevnosti, na druhou stranu došlo k výraznému snížení tažnosti z 5,8% na 1,5%.

HV ve výchozím vzorku	zpětný tlak(Mpa)	HV po ECAP	HV po žíhání	Přírůstek HV
43,5	40 (8 průchodů)	72,5	74,0	30,5
44,0	100 (8průchodů)	75,0	78,0	34,0
42,5	275 (8 průchodů)	65,0	78,0	35,5
43,0	275 (16 průchodů)	69,0	81,0	48,0

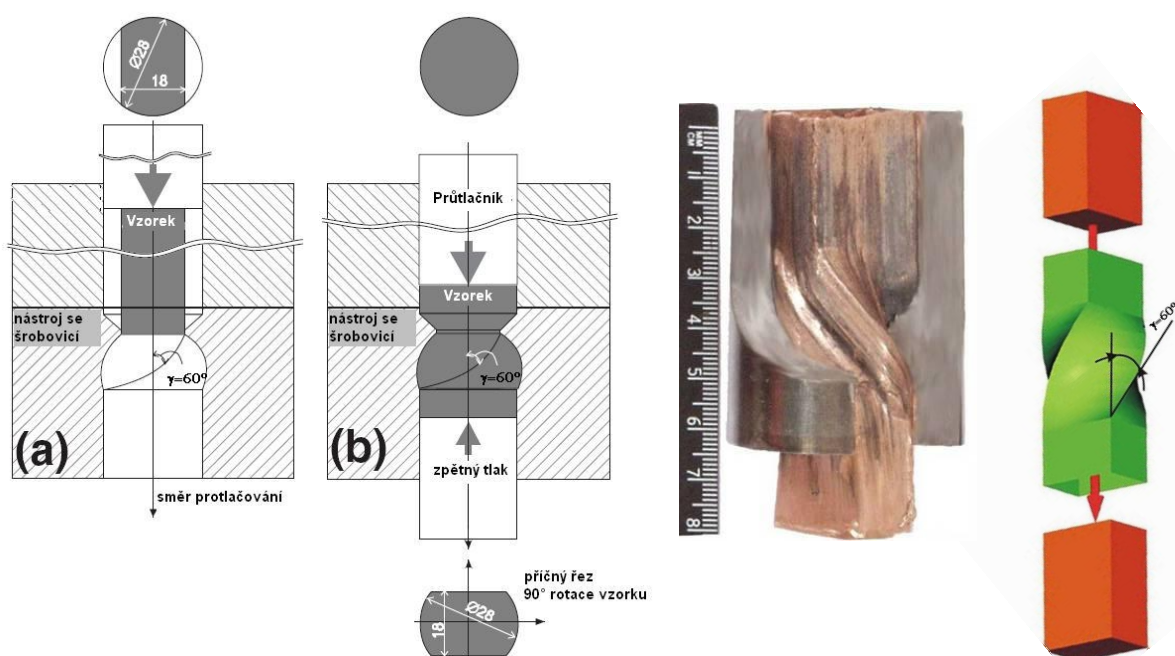
Tab.2.5.5 – tvrdost Al5Fe po ECAP při různých zpětných tlacích a po následném žíhání při 175°C po dobu 4 h) [14]

Při použití zpětného tlaku se podařilo protlačit slitinu Al5Fe 16 průchody ECAP nástrojem a vytvořit tak intenzitu deformace 18,4. Bez použití zpětného tlaku byly provedeny jen 2 průchody nástrojem poté docházelo k tvorbě trhlin. Velikost zrna se zmenšila na 325 nm. Z původních různorodých zrn s maximální velikostí 10 μ m se stala relativně rovnoosá uspořádaná zrna s vysokoúhlovými hranicemi.

2.6 Metoda TE (Protlačování spojené s krutem)

Princip protlačování s krutem (TE) spočívá ve vytvoření intenzivní stříhové deformace protlačováním materiálu nástrojem, ve kterém je vytvořena šroubovice, kde dochází ke stříhové deformaci (obr.2.6.1). Tvar materiálu se podél osy protlačování nemění. Je také splněna podmínka konstantního tvaru po a před procesem, tak je možné provádět opakované protlačování a tím i hromadění plastické deformace. Vzorek může být protlačován pomocí trnu nebo využitím hydrostatického tlaku. Stříhová deformace není v místě kroucení vzorku (v průřezu) rozložena rovnoměrně. Největší deformace je dosaženo v nejvzdálenější části vzorku, kolmo na osu protlačování, nejmenší je naopak v ose. Tento fakt je dán geometrií nástroje, materiál uprostřed vzorku v příčném řezu je kroucen minimálně. Průměrnou velikost deformace lze vyjádřit vztahem (3).

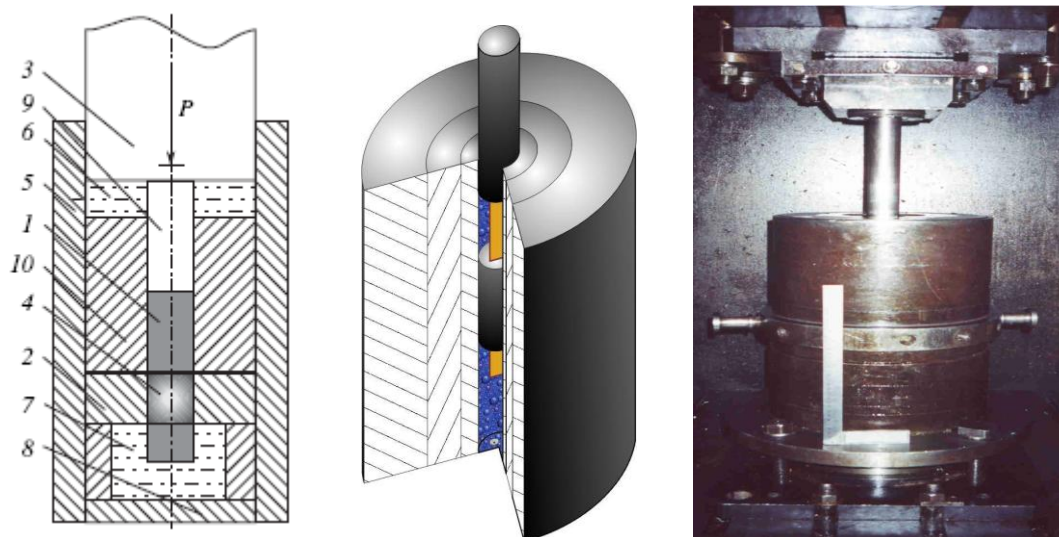
$$\varepsilon_{stř} = \frac{tg\gamma_{max} + (0,4 + 0,1 \cdot tg\gamma_{max})}{2} \quad (3 - \text{Beygelzimer}) [15]$$



Obr. 2.6.1 – schéma nástroje metody TE [1], [16]

Protlačování s krutem je moderní metoda vytvářející UFG strukturu s využitím procesu SPD. Protlačování může být realizováno hydromechanicky (obr.2.6.2). K protlačování může být použit tlak 1500 MPa, vyvolaný hydraulickým lisem (4000 kN). Hydrostatického tlaku je v tomto případě využito k vyvolání zpětného tlaku cca 700

MPa. Výhodou hydromechanického protlačování je dosažení vysoké plasticity, vyvolání nízkého tření mezi nástrojem a materiálem a také využití různé velikosti rychlosti nástroje. Nevýhodou je omezení maximální deformace, které plyne z omezení deformování vzorku mimo vlastní místo, kde je umístěna šroubovice. Při větší deformaci dojde k deformování tvaru před vchodem do šroubovicové části, což je nežádoucí. Největší účinek deformace se projeví při pokojové teplotě – záleží na typu tvářeného materiálu. Hlavní možností jak ovlivňovat výslednou intenzitu deformace je geometrie kanálu - úhel stoupání šroubovice. Doposud se využíval úhel stoupání $\gamma=60^\circ$ viz obr.2.6.1.

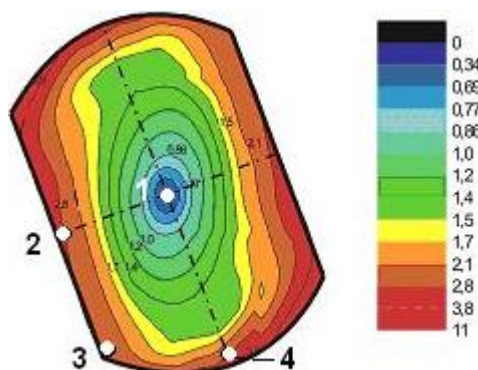


Obr.2.6.2 – Hydromechanické protlačování TE (1-vzorek; 2-nástroj se šroubovicí; 3-průtláčnick; 4-oblast se šroubovicí; 5- kontejner; 6,7- vysokotlaké komory spojené dohromady; 8- záklopka(ventil); 9- tyč; 10- pomocné pouzdro) [15]

Rozložení intenzity deformace v průřezu procesu je zobrazeno na obr.2.6.3. Toto rozložení se v průběhu deformace může měnit což je způsobeno rotací materiálu kolem osy protlačování. Metoda se jeví jako velmi efektivní, zejména pak při zjemňování struktury materiálu s vyššími mechanickými vlastnostmi např. Ti a jeho slitiny. Metodou TE lze docílit lepších mechanických vlastností materiálu především v příčném průřezu. V podélném řezu jsou mechanické vlastnosti horší, ale dosáhnout zlepšení lze několika způsoby. Jako velmi vhodná sekundární úprava materiálu se jeví válcování za studena či žíhání. Metoda TE je v současné době předmětem aplikovaného výzkumu, je potřeba ověřit vliv počtů průchodů na mechanické vlastnosti a strukturu různých typů materiálů.

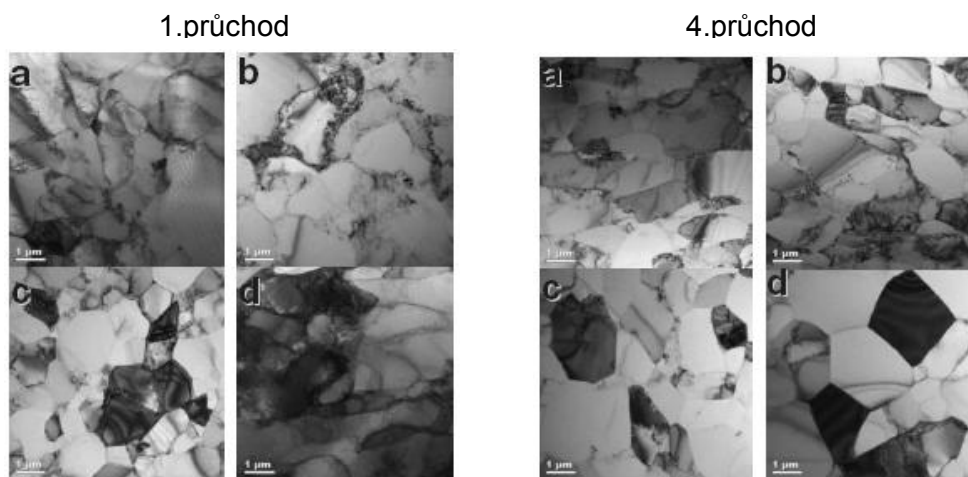
2.6.1 Vývoj struktury a mechanických vlastností při použití metody TE v čistém Al 99.9%

Metoda TE je nejnovější metoda, kterou lze vytvořit zjemněnou strukturu využitím extrémní plastické deformace v materiálu. Jedním ze základních materiálů, u kterého se zkoumal vývoj struktury a mechanických vlastností byl Čistý hliník (99.99%). Hliník byl použit z důvodu srovnání s ostatními SPD metodami např. ECAP. Z ingotu hliníku byly vytvořeny zkušební vzorky $\varnothing 28 \times 18$ (zaoblení dvou protějších hran) o délce 100 mm. Vzorky byly žíhány na teplotu $499,85^\circ\text{C}$ po dobu 1 h a poté chlazeny v peci. Nástroj s úhlem šroubení 60° , který byl použit při protlačování, je zobrazen schématicky na obr.2.6.1. Dosažená velikost intenzity deformace po jednom průchodu byla 1,2, což představuje průměrnou hodnotu. Rozložení intenzity deformace v průřezu je zobrazeno na obr.2.6.3. Při protlačování se využil zpětný tlak 200MPa. Tváření probíhalo při rychlosti 3 mm.s^{-1} . Byly provedeny se 4 průchody TE nástrojem, s celkovou vytvořenou intenzitou deformace 4,6. K vytvoření UFG struktury je zapotřebí dosáhnout intenzity deformace 4 a více (vycházím z metody ECAP).



<i>průchody nástrojem TE</i>						
N	1	2	3	4	5	6
ϵ_{\min}	0,6	1,1	1,7	2,3	2,9	3,4
ϵ_{\max}	1,7	3,5	5,2	6,9	8,7	10,4
$\epsilon_{\text{stř}}$	1,2	2,3	3,5	4,6	5,8	6,9

Obr.2.6.3 - Intenzita deformace vyvolaná po průchodu nástrojem v průřezu vzorku (čísla na obr. značí místa zobrazení mikrostruktury z TEM pozorování)
- tabulka uvádí vývoj intenzity deformace po průchodech TE[15]

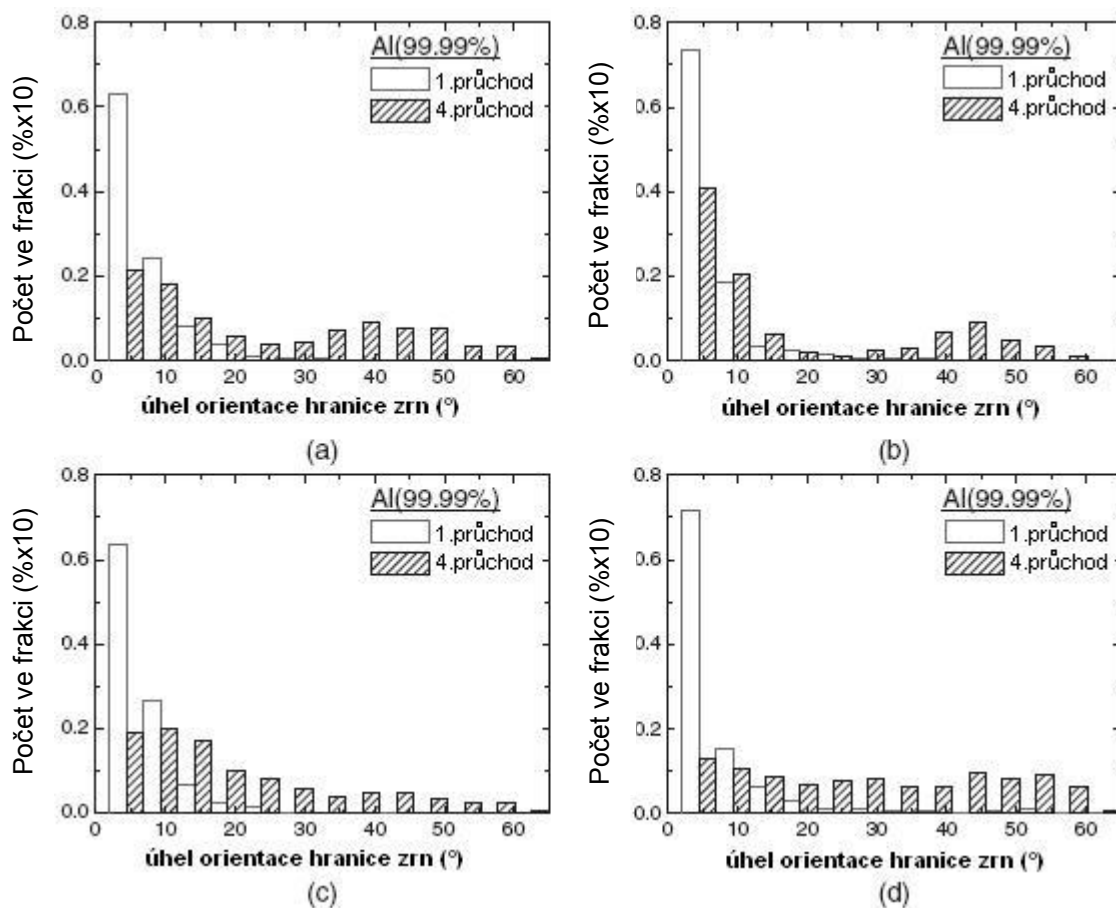


Obr.2.6.4 – Analýza provedená na TEM vlevo 1. průchod vpravo 4. průchod TE nástrojem a)-d) pozice pořízení snímků 1)-4) viz.obr.2.6.3

K analýze mikrostruktury autoři použili transmisní elektronovou mikroskopii a k určení krystalografické orientace byl použit mikroskop s EBSD. Měření tvrdosti probíhalo při zatížení 25g po dobu 15s, v příčném i podélném řezu materiálu. Vzdálenost jednotlivých vpichů byla 0,5 mm, aby nedošlo k ovlivnění měření. Z TEM pozorování vyplynulo, že velikost zrna 1,6 μm vytvořená po prvním průchodu, se po čtvrtém průchodu nezměnila (viz obr.2.6.4). Dle výsledků strukturní analýzy je patrné, že po 4. průchodu došlo ke snížení počtu dislokací. Hranice zrn se tak stávají dobře viditelné se zvyšující se intenzitou deformace. Po prvním průchodu byl zaznamenán EBSD pozorováním převažující výskyt nízkoúhlových hranic zrn, avšak po čtvrtém průchodu se objevují více vysokoúhlové hranice zrn (obr.2.6.5).

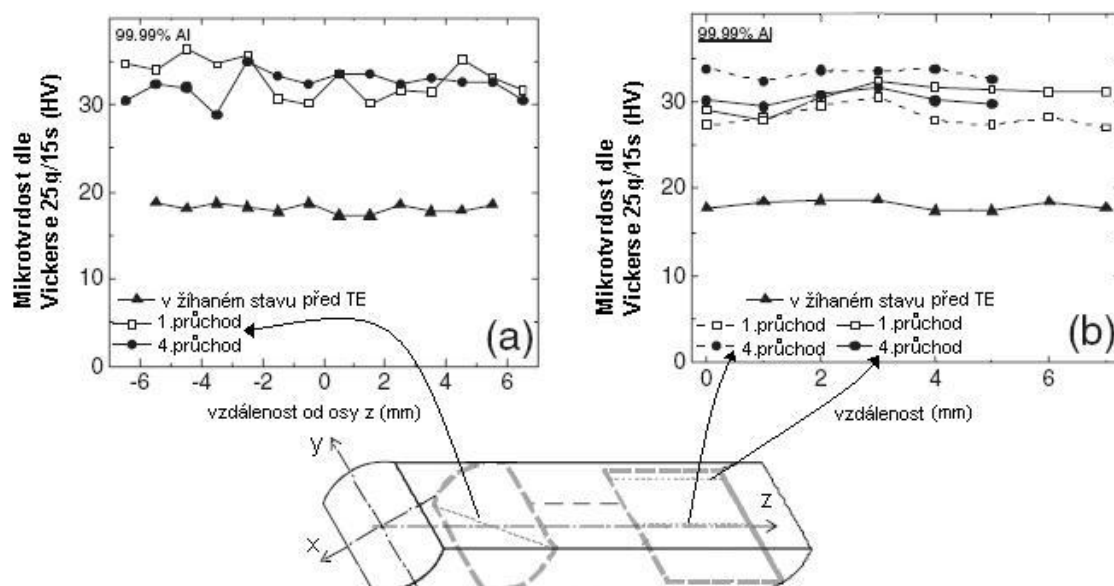
Vývoj mikrotvrdosti v závislosti na počtu průchodů je zobrazen na obr.2.6.6. Z grafu je patrné, že tvrdost vzorku byla po žitání v celém objemu velmi podobná. Lze tak dobře ověřit vliv TE procesu na mikrotvrdost v odlišných oblastech vzorku. Jak jsem již uvedl, tvrdost byla autory měřena v průřezu (obr.2.6.6 - a) a v podélném řezu (2.6.6 –b) v centrální části vzorku. V podélném řezu se srovnávala tvrdost uprostřed a v blízkosti povrchu.

Zvýšení tvrdosti v příčném průřezu vzorku je odlišné. V centrální části, kde bylo dosaženo menší intenzity deformace je tvrdost vyšší ve vzorcích po 4. průchodu než po 1. průchodu. Naproti tomu na okraji vzorku byla dosažena větší deformace, ale vývoj tvrdosti byl opačný. To znamená snížení tvrdosti po 4. průchodu. Také je vidět větší rozptyl výsledků po TE procesu než před TE procesem. Tento fakt je způsoben nehomogenní deformací v průřezu vzorku.



Obr.2.6.5 – Rozložení úhlů hranic zrn v bodech a) – d) pozice 1 - 4 (odpovídá oblastem pořízené TEM snímků obr.2.6.3) [16]

V podélném řezu bylo dosaženo největší tvrdosti v centrální části vzorku po 4. průchodu a nejnižší tvrdosti naopak po 1. průchodu v centrální části vzorku. Tvrdost naměřená u povrchu po 1. a 4. průchodu se pohybuje mezi výše uvedenou hranicí. Tento trend je opačný než vývoj tvrdosti u metody ECAP s ohledem na počet průchodů. Vložená Intenzita deformace je u povrchu vyšší (viz obr. 2.6.3) než v centrální části vzorku. Nejnižší tvrdost po 1. průchodu v centrální části indikuje, že se zde dislokace začínají kumulovat, ale kumulace není dostatečná k získání vyšší tvrdosti. Dislokační hustota v centrální části vzorku se zvětšuje s vyšším počtem průchodů. Dostatečně velká intenzita způsobuje vzájemný zánik dislokací, vzniká tak nové uspořádání uvnitř zrn. Tento jev je pozorován po 4. průchodu, ale dislokace jsou absorbovány na hranicích zrn. Hranice zrn se tak stávají ostré a dobře definovatelné (obr. 2.6.4 – 4. průchod;d). Je patné, že měření tvrdosti odpovídá strukturním změnám zobrazeným na obr 2.6.4.



Obr. 2.6.6 – Vývoj mikrotvrdosti v 99,99% Al po TE a) příčný řez; b) podélný řez [16]

Zaznamenaly se dva hlavní procesy vývoje struktury v čistém hliníku (99,99%) po protlačování TE. První proces je charakteristický generováním dislokací a následným vývojem přivolené deformace se vznikem nízkoúhlových hranic zrn. Druhým procesem pozorovaným ve struktuře bylo snížení počtu dislokací a díky tomuto vznik dobře definovatelných hranic zrn. Když je vytvořená intenzita deformace malá (centrální část vzorku v řezu), tak převažuje první proces. To vede ke zvýšení tvrdosti díky zvýšení počtu dislokací. Když je intenzita deformace velká (povrch vzorku v řezu), tak převažuje druhý proces a tvrdost se snižuje díky zmenšení počtu dislokací. Přestože po druhém procesu převažuje výskyt vysokoúhlových hranic zrn, nezvýší se tvrdost, protože hranice zrn absorbují většinu dislokací.

Subzrna vytvořená po prvním průchodu nástrojem TE měli velikost 1,6 μm . Velikost zrn se již po dalších průchodech nezměnila. S vyšším počtem průchodů se zvýšila intenzita deformace, což způsobilo menší viditelnost dislokací. Hranice zrn se staly ostré a dobře definovatelné. Ve struktuře převažoval výskyt vysokoúhlových hranic zrn. Tvrdost se zvýšila, když byla intenzita deformace menší. Zvýšení intenzity deformace vedlo ke snížení tvrdosti a zmenšení počtu dislokací uvnitř zrn. Výsledky dosažené TE procesem jsou srovnatelné s metodou ECAP, přestože zpevňující efekt obou metod je odlišný. Strukturní změny a tomu odpovídající měření tvrdosti pozorované v čistém hliníku (99,99%) odpovídají předpokladům využití SPD procesu.

3 EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST

Základem diplomové práce je ověření vlivu nové geometrie nástroje ECAP na strukturu a mechanické vlastnosti vybraných materiálů. Nová geometrie nástroje, by dle předpokladů měla zvýšit efektivitu procesu. Ověřování bylo prováděno na vybraných materiálech. Při výběru materiálu byl brán ohled na možnost srovnání výsledků s předchozími experimenty, které byly provedeny využitím různých SPD metod. Druhým kritériem výběru materiálu bylo použití materiálu vyráběného komerčně. U vybraných materiálů se ověřoval vývoj struktury a mechanických vlastností. Na základě dosažených výsledků je možné posoudit efektivitu procesu.

Cílem experimentální práce je:

- Stanovení křivek přetvárných odporů vybraných materiálů po 1., 3., 5., 7. průchodu (slitina AlMn1Cu za studena i za tepla)
- Ověření vlivu počtu průchodů na dosažené hodnoty tvrdosti dle Vickerse
- Ověření vlivu teploty na dosaženou tvrdost dle Vickerse
- Ověření vlivu počtu průchodů na výsledné zjemnění struktury

3.1 Nová geometrie nástroje ECAP

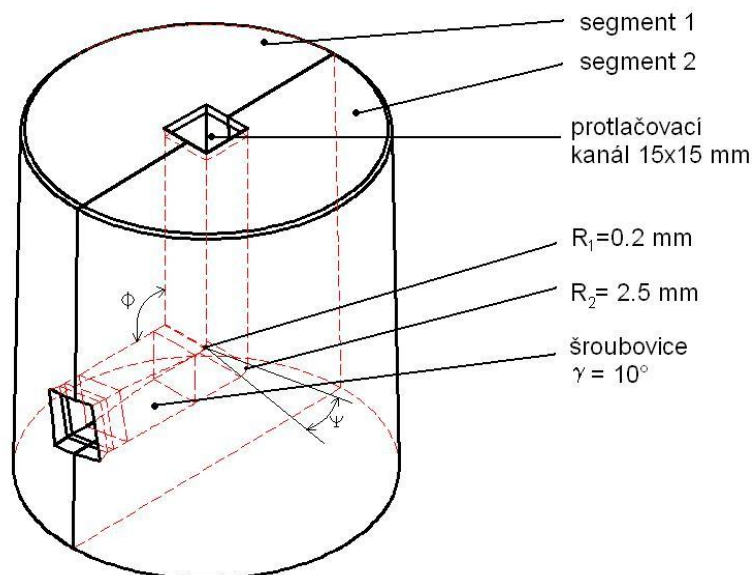
Nástroj, který byl použit pro protlačování, vychází ze základní koncepce tváření metodou ECAP. Metoda je podrobně popsána v teoretické části práce, proto se nyní zaměřím pouze na shrnutí změn v konstrukci nástroje odlišující navržený nástroj od základní koncepce nástroje ECAP. Jako nejefektivnější, z hlediska dosaženého stupně deformace, se jeví použití napojení kanálu s 90° . Základní geometrie kanálu je dána úhly $\Phi = 90^\circ$ (vnitřní úhel kanálu) a $\Psi = 9^\circ 30'$. Vnější úhel kanálu Ψ je dán zvolenými poloměry $R_1 = 0,2 \text{ mm}$ a $R_2 = 2,5 \text{ mm}$. Schéma použitého nástroje ECAP je znázorněno na obr. 3.1.1.

Nástroj se od základní koncepce geometrie ECAP odlišuje vytvořenou šroubovicovou částí v horizontální oblasti kanálu s úhlem stoupání $\gamma=10^\circ$. Základním cílem využití šroubovice bylo simulování zpětného tlaku a tím zvýšení protlačovací síly. Nástroj byl vyroben ze špičkové nástrojové oceli od firmy Böhler-Uddeholm s obchodním názvem HOTVAR®, podrobnější charakteristika materiálu včetně popisu tepelného zpracování je uvedena v příloze - A. Tato nástrojová ocel se vyznačuje vysokými pevnostními vlastnostmi při vyšších teplotách. Může být kalena a

temperována do 58 HRC, což dává velmi dobrý předpoklad pro tváření za tepla. Lze tedy ověřit vliv teploty při protlačování procesem ECAP. Ocel je doporučena pro nástroje, které nejsou nitridovány. [příloha A]

Tab. 3.1.1 – chemické složení nástrojové oceli HOTVAR® [příloha A]

C	Si	Mn	Cr	Mo	V	Ni	Doporučená tvrdost
0.55%	1.0%	0.75%	2.6%	2.25%	0.85%	-	žháno na 210 HB



Obr.3.1.1 – Schéma nástroje ECAP ($\Phi = 90^\circ$; $\Psi = 9^\circ 30'$)

Geometrie nástroje má nejvýraznější vliv na intenzitu deformace, kterou lze vyjádřit ze vztahu 2 uvedeném v kapitole 2.5. Dosažená intenzita deformace po jednotlivých průchodech je uvedena v tab. 3.1.1.

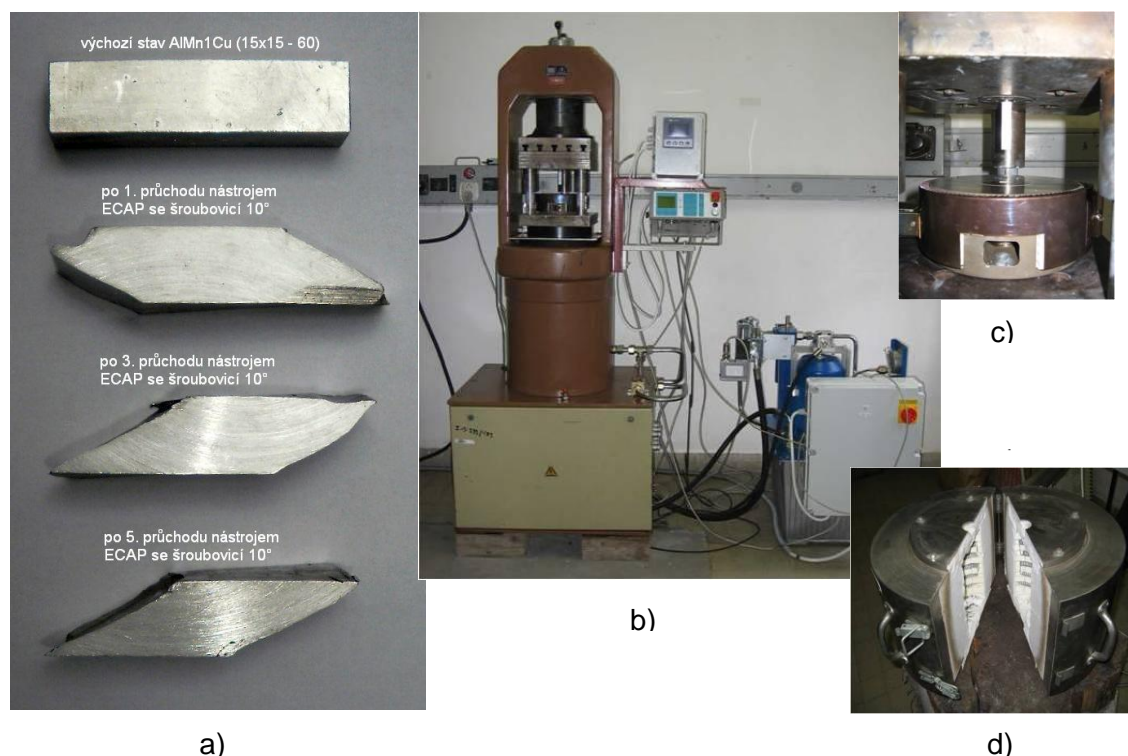
Počet průchodů	1. pr.	2. pr.	3. pr.	4. pr.	5. pr.	6. pr.	7. pr.
ε_{VM}	1,23	2,46	3,69	4,91	6,14	7,37	8,60

Tab. 3.1.1 Hodnoty intenzity deformace - ECAP šroubovice 10° ; $\Phi = 90^\circ$; $\Psi = 9^\circ 30'$

Ke snížení tření mezi nástrojem a experimentálním materiálem jsem použil k mazání speciální montážní pastu Nicro Thermocup 1200 [17], která je vhodná na kluzné plochy s velkým mechanickým zatížením. Koeficient tření je $f = 0,1$. Je velmi vhodná pro mazání barevných kovů. Pasta byla nanášena štětcem na vzorky před každým průchodem nástrojem. Pastou byly také mazány vodící sloupky. Při protlačování byla použita deformační cesta B_C . Vzorky po jednotlivých průchodech jsou

zobrazeny na obr. 3.1.2 – a.

Experimenty jsem prováděl na pracovišti katedry mechanické technologie, fakulty strojní, VŠB-TU Ostrava. K protlačování byl využit hydraulický lis DP 1600 kN, se servoventilem umožňující plynulou regulaci pomocí řídicího panelu a dále regulátor teploty (obr.3.1.2 – b). K ohřevu vzorků jsem použil indukční pec pro ohřev materiálů až do 1100°C (obr.3.1.2 – d). K ohřevu nástroje ECAP jsem použil indukční pec pro ohřev materiálů až do 1100°C (obr.3.1.2 – d).



Obr.3.1.2 – a) vzorky AlMn1Cu výchozí stav a po průchodu nástrojem 1.-5.; b) lis DP 1600 kN s plynulou regulací; c) indukční pec pro ohřev materiálu do 1100°C; d) nástroj ECAP s manžetou pro ohřev nástroje;

Lis lze ovládat manuálně přes řídicí panel nebo pomocí softwaru na PC přes PC kartu. Lze tak sledovat a zapisovat průběhy a závislosti deformací, sil a napětí na čase nebo dráze. Případný ohřev nástroje ECAP je možný s využitím topné manžety, kdy je teplota manžety a nástroje řízena regulátorem teploty (Obr.3.1.2 - d). Maximální protlačovací síla byla omezená konstrukční pevností nástroje na 200 kN. Protlačování probíhalo při rychlosti protlačování 0.5 mm.s^{-1} a deformační rychlosti 1.10^{-2} s^{-1} .

3.2 Vybraný materiál

Pro experimenty jsem použil čistý hliník (99.5%) - EN AW-Al-99,5 dle normy

ČSN EN 573-3 a slitinu AlMn1Cu - EN AW-AlMn1Cu dle ČSN EN 573-3 dále jen Al99.5% a AlMn1Cu. Čistý hliník byl použit k tváření z důvodu srovnání dosažených vlastností a struktury s jinými SPD procesy. Hliník byl také vybrán z důvodu jeho dobré tvářitelnosti. Čistý hliník byl tvářen 5 průchody nástrojem ECAP. Vzorky 15x15 délky 60 mm použité při experimentech byly vyrobeny z ingotu. Chemické složení a základní mechanické vlastnosti hliníku jsou uvedeny v tab. 3.2.1 resp. v tab. 3.2.2.

Tab. 3.2.1 – chemické složení Al99.5%

Si	Fe	Ti	Mg	Cu	Mn	Al	Ostatní
0.25%	0.40%	0.05%	0.05%	0.05%	0.05%	99.5%	0.03%

R _m (MPa)	R _{p0.2} (MPa)	E (GPa)	ν	H _v (MPa)	Hustota ρ _{20°} (kg.m ⁻³)	Krystalová mřížka
90	75	70	0.35	167	2700	Kpc

Tab. 3.2.2 – Základní mechanické a fyzikální vlastnosti hliníku

Slitina AlMn1Cu je komerčně vyráběnou slitinou hliníku nachází využití ve strojírenském a potravinářském průmyslu. Slitina byla dodána firmou AL INVEST Břidličná, a.s. Firma standardně dodává materiál ve formě pásů válcovaných za tepla s mírnou redukcí do 10% po průchodu válců. Pás opouštějící válce má teplotu cca 370°C a 11-ti tunový pás chladne na teplotu okolí dva dny. Pro experimentální účely byly z pásů vyříznuty zkušební vzorky 15x15 délky 60 mm ve směru válcování, které byly tvářeny 7 průchody. Po odlití a válcování se mez kluzu materiálu dosahuje hodnot 140 MPa. Chemické složení a základní mechanické vlastnosti slitiny AlMn1Cu jsou uvedeny v tab. 3.2.3 resp. v tab. 3.2.4.

Tab. 3.2.3 – chemické složení AlMn1Cu

Mn	Fe	Si	Cu	Ostatní	Al
1.1%	0.45%	0.55%	0.15%	do 0.05%	zbytek

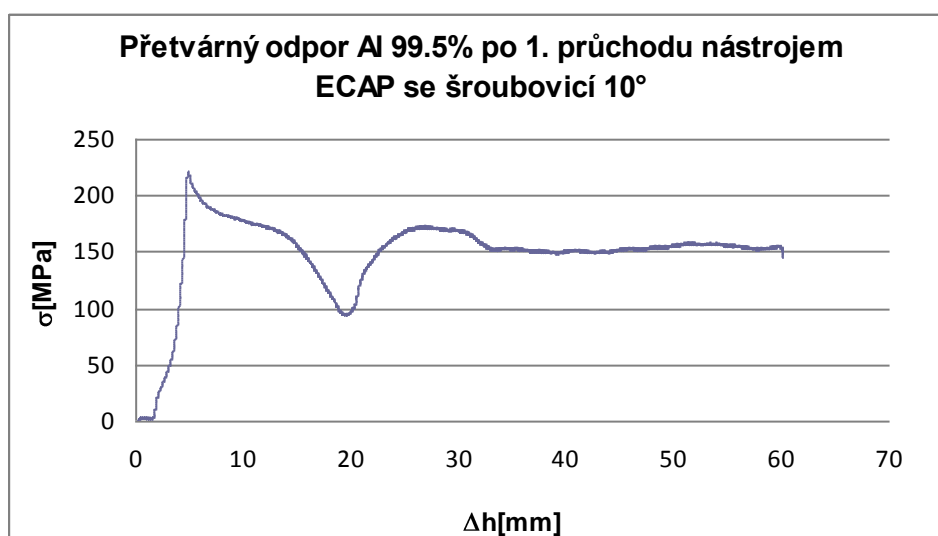
R _m (MPa)	R _e (MPa)	E (GPa)	ν	Hustota ρ _{20°} (kg.m ⁻³)	Krystalová mřížka
154	140	72	0.33	2700	Kpc

Tab. 3.2.4 – základní mechanické a fyzikální vlastnosti AlMn1Cu při redukcí 10%

3.3 Stanovení křivek přetvárných odporů hliníku 99,5%

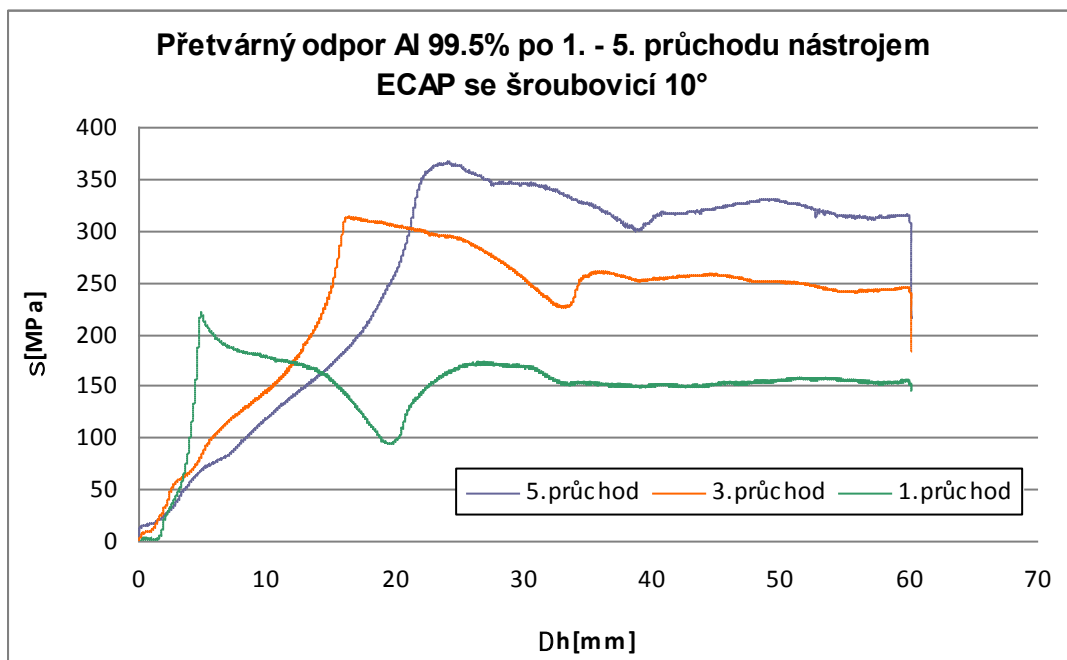
Přetvárný odpor závisí na materiálu (chemické složení), struktuře materiálu, teplotě, stupni deformace, rychlosti deformace, stavu napjatosti a tření. Pro vybraný materiál jsem vyhodnocoval závislost velikosti přetvárného odporu na dráze. Přetvárný odpor byl experimentálně zjišťován za přesně definovaného stavu napjatosti (jednoosá napjatost – tlakové namáhání) a při konstantní teplotě (20°C) a rychlosti deformace ($1 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$).

Křivky přetvárných odporů byly experimentálně stanoveny při protlačování hliníku pro 5 průchodů. Pro účely hodnocení efektivity procesu ECAP postačí z těchto křivek vybrat křivky po 1., 3., a 5. průchodu nástrojem viz graf 3.3.1 a graf 3.3.2.



Graf 3.3.1 – zaznamenaný přetvárný odpor po 1. průchodu nástrojem

Z uvedených grafů vyplývá výrazný nárůst napětí se zvyšujícím se počtem průchodů. Po prvním průchodu nástrojem je nejvíce patrný vliv šroubovice vytvořené v horizontální části kanálu. Šroubovice způsobuje nárůst napětí o zhruba 50 MPa po prvním průchodu, ovšem její vliv se snižuje se zvyšujícím se počtem průchodů. Obecně lze říci, že tato konstrukční úprava má vliv na průběh protlačování, především s ohledem na velikost přetvárného odporu. Přetvárný odpor je v druhé části protlačovacího cyklu při použití šroubovice rovnoměrný. Pro názornost uvádím tab.3.3.1, kde je uvedena jeho maximální hodnota



Graf 3.3.2 – zaznamenaný přetvárný odpor po 1.- 5. průchodu nástrojem

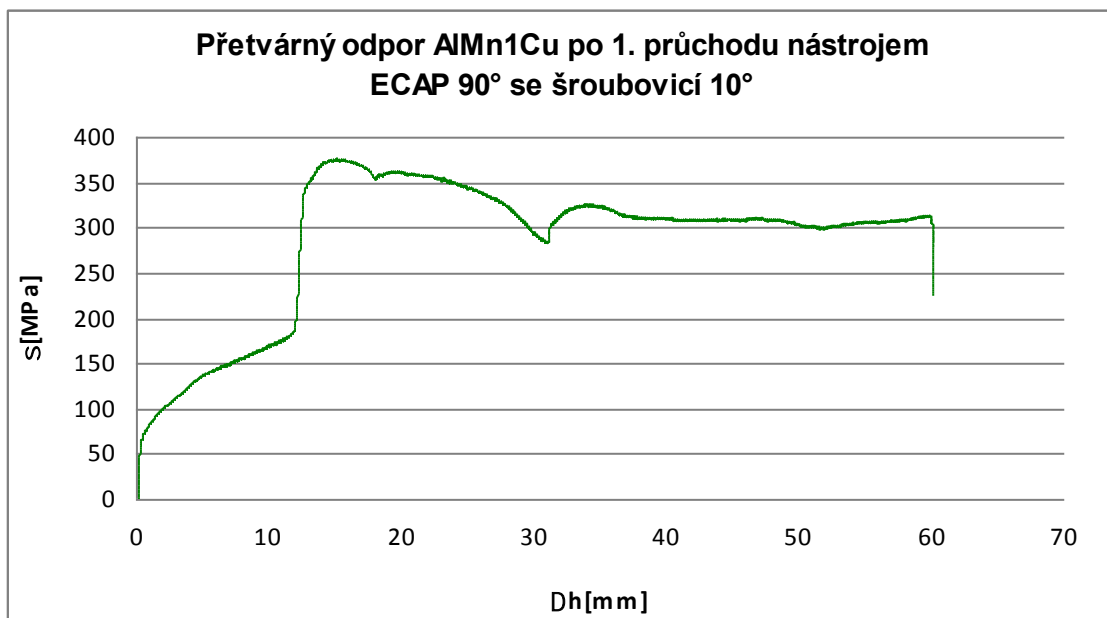
ECAP šroubovice 10°	1. průchod	3. průchod	5. průchod
maximální napětí (MPa)	222	314	367

Tab. 3.3.1 – maximální dosažené hodnoty přetvárných odporů

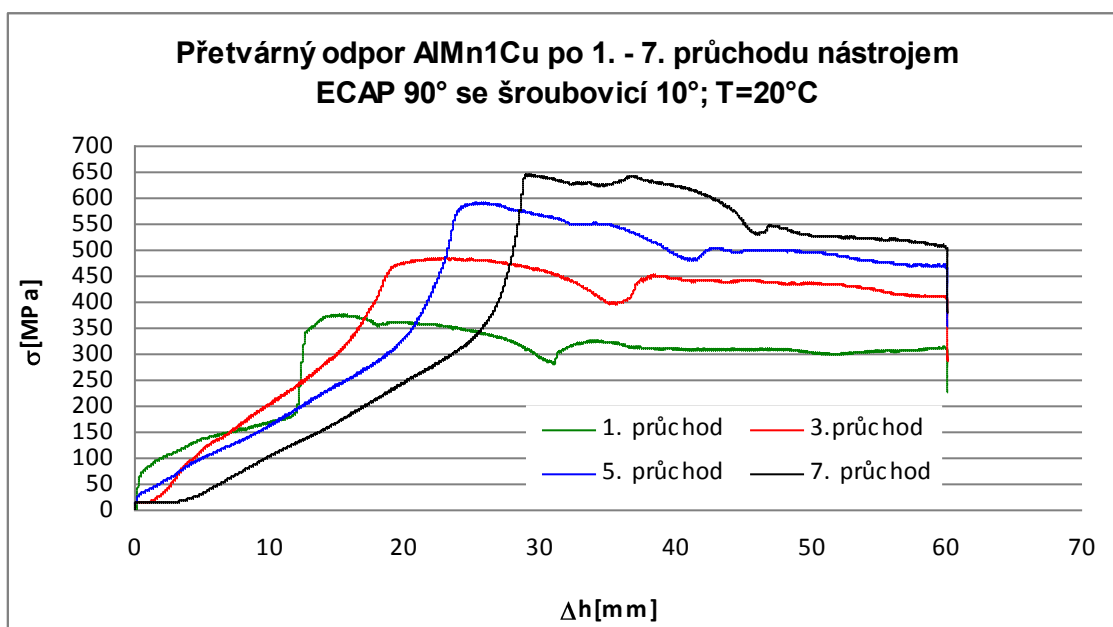
3.4 Stanovení křivek přetvárných odporů slitiny AlMn1Cu

Křivky přetvárných odporů slitiny AlMn1Cu, jsou velmi důležité pro celkové zhodnocení efektivity nástroje ECAP se šroubovicí 10°, neboť tento materiál již byl v minulosti použit při experimentech. V minulosti byly experimenty prováděny na nástroji ECAP s úhlem sklonu kanálu 90° bez dalších úprav. Dosažené výsledky tak mohou srovnat.

Křivky přetvárných odporů byly experimentálně stanoveny při protlačování AlMn1Cu pro 7 průchodů. Pro účely hodnocení efektivity procesu ECAP postačí z těchto křivek vybrat křivky po 1., 3., 5., 7. průchodu nástrojem viz graf 3.4.1 a graf 3.4.2. Materiál AlMn1Cu byl také protlačován za tepla. Teplota protlačování byla stanovena na 150°C. Protlačováním za tepla při T=150°C se provedlo 5 průchodů nástrojem, rovněž uvedu křivky přetvárného odporu pro 1., 3., 5. průchod viz graf 3.4.3. Vyšší počet průchodů nebyl možný z důvodů zpětného vniku materiálu mezi průtláčnick a kanál vlivem teploty.



Graf 3.4.1 - zaznamenaný přetvárný odpor po 1. průchodu nástrojem ECAP



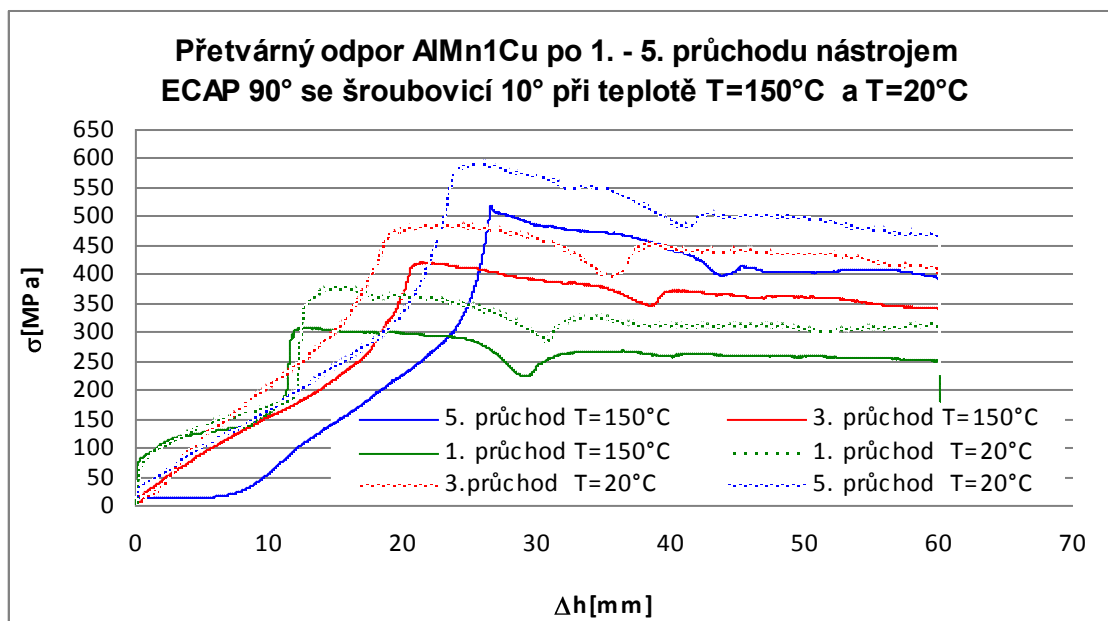
Graf 3.4.2 – Dosažené velikosti přetvárného odporu po 1.- 7. průchodu nástrojem ECAP

ECAP šroubovice 10°	1. průchod	3. průchod	5. průchod	7. průchod
maximální napětí (MPa)	302	389	474	517

Tab. 3.4.1 – maximální dosažené hodnoty přetvárných odporů AlMn1Cu; T=20°C

Z uvedených grafů 3.4.1 a 3.4.2 je zřejmé, že došlo postupně k vyššímu zpevnění materiálu. Nejvýraznější nárůst byl pozorován při 1. a 3. průchodu. Při nižším

počtu průchodů se také více projevuje vliv zpětného tlaku vyvolaného šroubovicí. Je patrné, že se průběh zatížení vlivem působení šroubovice se stává rovnoměrnější. Tento fakt, lze dobře dokázat při srovnání křivek přetvárných odporů u klasické metody ECAP (90° vychýlený kanálu) s nově navrženou geometrií kanálu ECAP viz. graf 3.4.5.



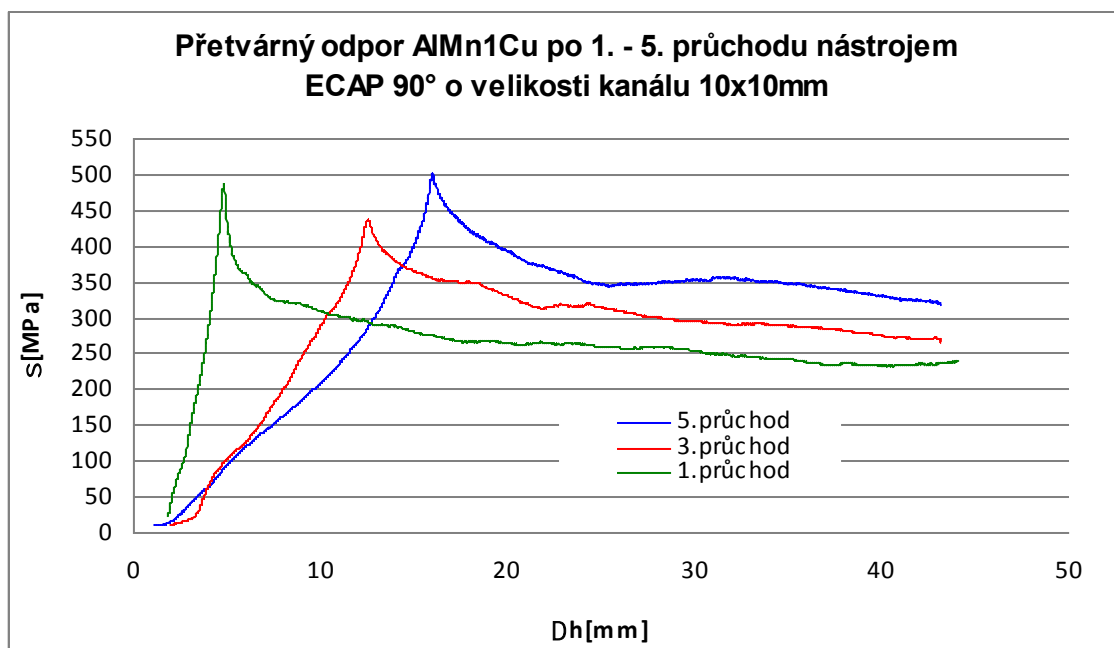
Graf 3.4.3 - přetvárný odpor po 1. - 5. průchodu při teplotě T=150°C a T=20°C

ECAP šroubovice 10°	1. průchod	3. průchod	5. průchod
maximální napětí (MPa)	246	382	455

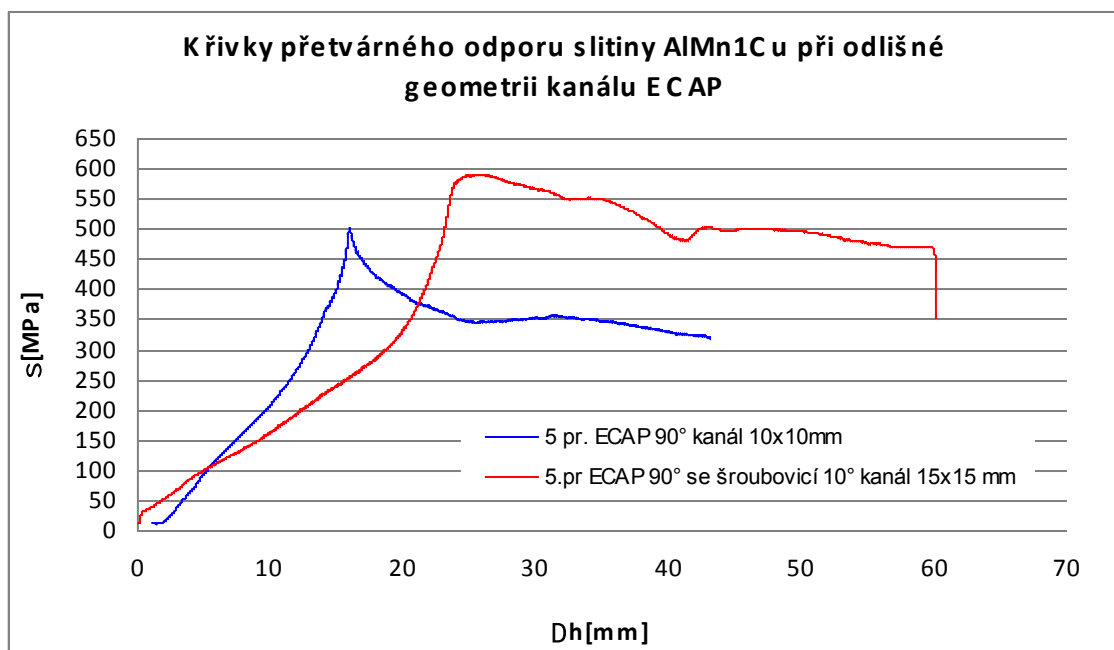
Tab. 3.4.2 – Maximální dosažené hodnoty přetvárných odporů AIMn1Cu; T=150°C

Slitina AIMn1Cu se protlačovala za tepla, z důvodů ověření vlivu teploty na proces ECAP. Byla zvolena protlačovací teplota 150°C, ostatní parametry protlačování byly zachovány graf 3.4.3. Při protlačování za tepla se dle předpokladů snížil přetvárný odpor materiálu. Novým poznatkem je fakt, že průběh přetvárného odporu byl rovnoměrnější než při protlačování za studena při T = 20°C. Jednoznačně je potvrzen vliv teploty na proces protlačování.

Stanovení křivek přetvárných odporů pro klasický nástroj ECAP s vychýlením kanálu 90° nebyl předmětem mých experimentů. Tyto křivky byly stanoveny již dříve. V diplomové práci tyto křivky uvádím z důvodu srovnání s nově navrženou geometrií, kde by se měl projevit rozdíl v křivkách díky využití šroubovice u nově navržené geometrie. Grafy pro ECAP 90° jsou uvedeny níže (graf 3.4.4 a graf 3.4.5). Uvedené grafy stanovil pan Bc.Salajka Michal v roce 2008 na katedře mechanické technologie



Graf 3.4.4 - přetvárný odpor po 1. - 5. průchodu u klasického ECAP (vychýlení kanálu 90°)



Graf 3.4.5 - přetvárný odpor po 5. průchodu, srovnání dvou odlišných geometrií

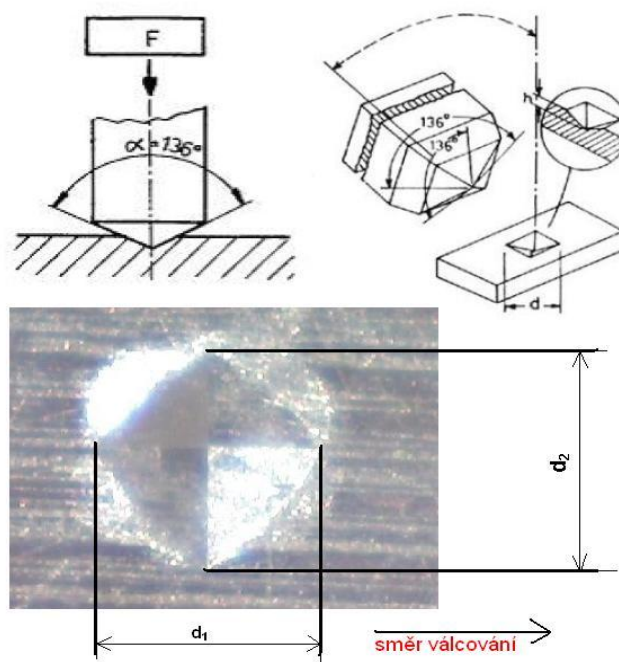
Na grafu 3.4.5 je dobře znázorněn rozdíl mezi klasickým provedením nástroje a novu geometrií nástroje se šroubovicí 10°. Simulovaný zpětný tlak způsobený šroubovicí výrazně zvýší přetvárný odpor. Došlo také k rovnoměrnějšímu průběhu přetvárného odporu v materiálu.

3.5 Měření tvrdosti

Pro hodnocení mechanických vlastností tvářeného materiálu byla použita zkouška tvrdosti podle Vickerse. Měření probíhalo na tvrdoměru HPO 250. Zkouška tvrdosti byla provedena dle ČSN EN ISO 6507-1. Rozhodujícím hlediskem je zkušební zatížení. Při experimentech jsem použil zatížení 49,03 N což představuje 5 kg po dobu 20 s. Dle evropské normy se tedy jedná o měření tvrdosti. Pro určení tvrdosti ve zkoumané oblasti vzorku bylo provedeno 7 vpichů, ze kterých se vypočetl aritmetický průměr.

Při měření tvrdosti dle Vickerse byl do zkoumaného materiálu vtlačován pravidelný čtyřboký jehlan (identor) vyrobený z diamantu. Vrcholový úhel dvou protilehlých hran jehlanu činí 136° . Velikost tvrdosti je určována jako podíl použité síly F a velikosti plochy vtisku S (plocha 4 stěn ve vzorku, nikoliv projekční plocha). K určení tvrdosti se změří úhlopříčka vtisku d_1 a d_2 a vypočte se aritmetický průměr. Jelikož je síla na měřicím přístroji udávána v kg, je vztah pro výpočet tvrdosti upraven dle vztahu (4). V tomto tvaru byl pak vzorec použit pro měření tvrdosti. Kde m je hmotnost zatížení a g je gravitační konstanta 9,81.

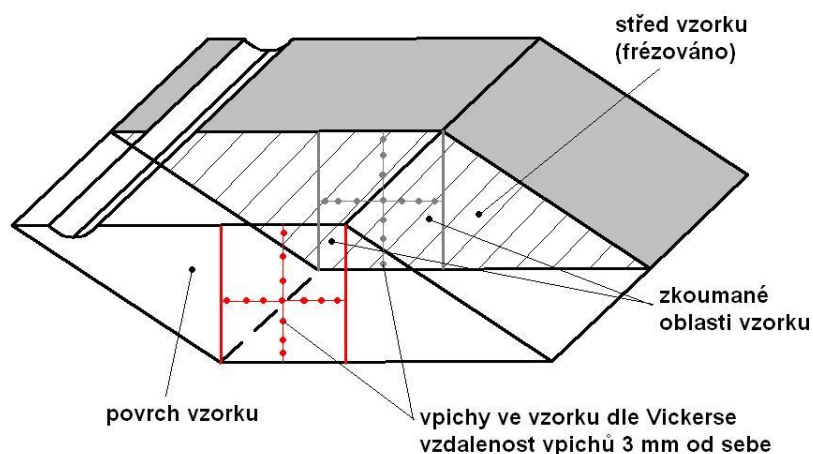
$$HV = 0.1891 \cdot \frac{F}{\left(\frac{d_1 + d_2}{2}\right)^2} = 0.1891 \cdot \frac{g \cdot m}{d^2} = 1,854 \cdot \frac{m}{d^2} \quad [\text{kg} \cdot \text{mm}^{-2}] \dots [\text{HV}] \quad (4) [18]$$



Obr. 3.5.1 –schématické znázornění principu a průběh zkoušky [18]

Vzhledem k pouhé povaze tlaku je Vickersova tvrdost označena jako Vickersovo číslo tvrdosti v jednotkách HV. Pro velikost zatěžující síly platí Kickův zákon podobnosti $F = a \cdot d^2$, kde a je materiálová konstanta a d je úhlopříčka vtisku. Z toho plyne, že předností Vickersovy zkoušky tvrdosti je možnost použití libovolných zatížení, aniž by se měnily hodnoty tvrdosti. Ovšem při zatížení menším jak 10 N přestává Kickův zákon platit.

Pro měření tvrdosti byl navržen jednotný postup provedení měření. U vzorků byla měřena tvrdost na povrchu a v centrální části vzorku viz obr. 3.5.2. Polovina vzorku byla odfrézována, aby mohlo být provedeno měření tvrdosti v centrální části vzorku. Jednotlivé vpichy byly prováděny jak podélně tak příčně. Vzdálenost jednotlivých vpichů od sebe byla 3 mm, aby nedošlo k ovlivnění sousedních vpichů. Tvrdost se hodnotila pouze v prostřední části vzorku a to z důvodů, že k čisté deformaci stříhem dochází jen v této oblasti. Mimo tuto oblast dochází k přechování vzorku a také se mohou objevovat trhliny ve struktuře, což ovlivňuje výslednou tvrdost, z toho důvodu nebyly oblasti hodnoceny.

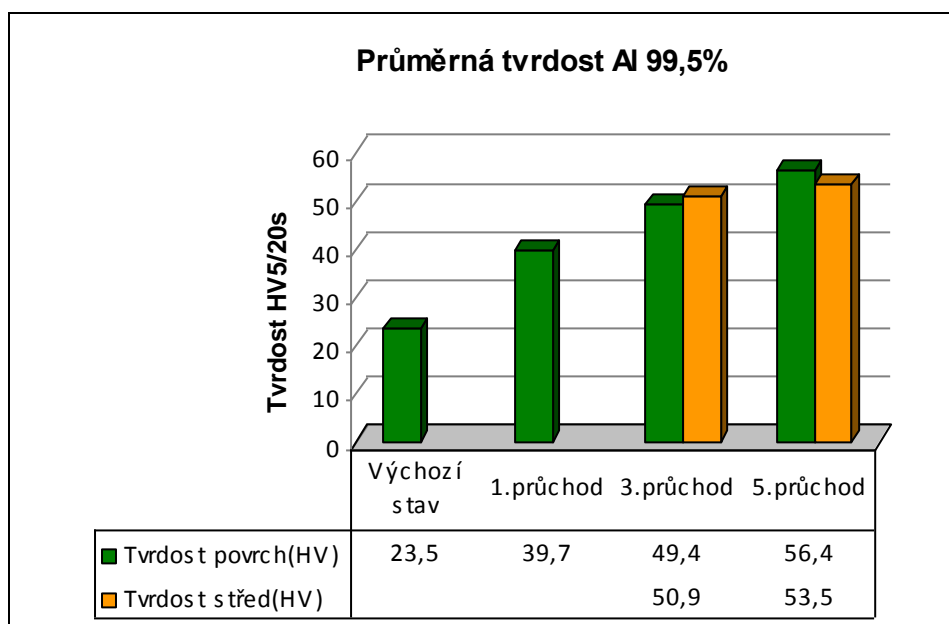


Obr. 3.5.2 schéma měření tvrdosti na vzorku

3.5.1 Měření tvrdosti dle Vickerse Al 99,5%

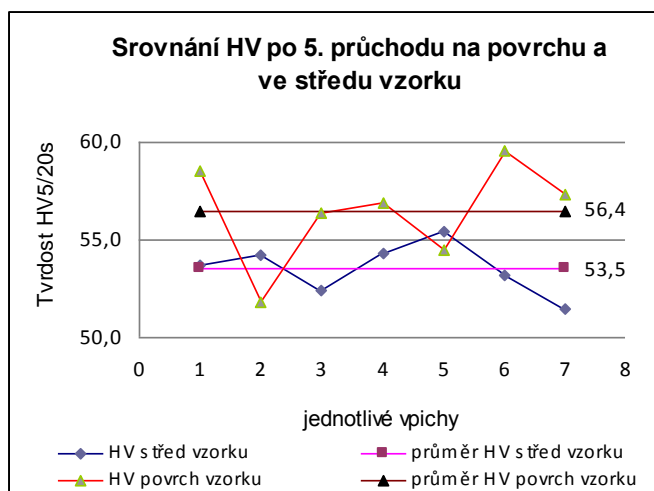
Tvrdost na čistém hliníku 99.5% byla měřena po 1., 3. a 5. průchodu nástrojem a zároveň byla změřena tvrdost i u výchozího stavu vzorku. Měření jsem provedl v podélném směru na povrchu a ve středu vzorku. Z dosažených výsledků (graf.3.5.1) je vidět, že nejvýraznějšího růstu bylo dosaženo po 1. průchodu nástrojem. Poté se tvrdost zvyšovala již méně. Po 5. průchodu byla dosažena průměrná tvrdost na

povrchu vzorku 56,4 HV, což představuje dvojnásobný nárůst oproti výchozímu stavu. Při srovnání dosažených tvrdosti s výsledky jiných autorů, které jsem uvedl v rešeršní části. Vzorky protlačované nástrojem ECAP se šroubovicí 10° vykazují výraznější nárůst při stejném počtu průchodů. K nárůstu tvrdosti dochází v důsledku nově navržené geometrie nástroje.



Graf.3.5.1 – Vývoj tvrdosti po jednotlivých průchodech

Dále byl ověřován vývoj tvrdosti Al 99.5% v centrální části vzorku. Z grafu 3.5.2 vyplývá nepatrné zvýšení tvrdosti na povrchu oproti tvrdosti ve středu materiálu. Tento fakt je velmi pozitivní z hlediska dosažení podobných vlastností ve zkoumané části vzorku. Na druhou stranu je třeba uvést, že měřené hodnoty mají nezanedbatelný rozptyl. Nejvýraznějšího rozptylu je dosaženo na okrajích zkoumané oblasti (vpichy 1,2 popř. 6,7). Tento jev může být způsoben faktem, že v průběhu daného protlačování nebyl průběh přetvárného odporu konstantní, tudíž při menším přetvárném odporu došlo k menšímu zpevnění. Což mělo za následek snížení tvrdosti.



Graf.3.5.2 – srovnání tvrdosti po 5. průchodu na povrchu a ve středu vzorku

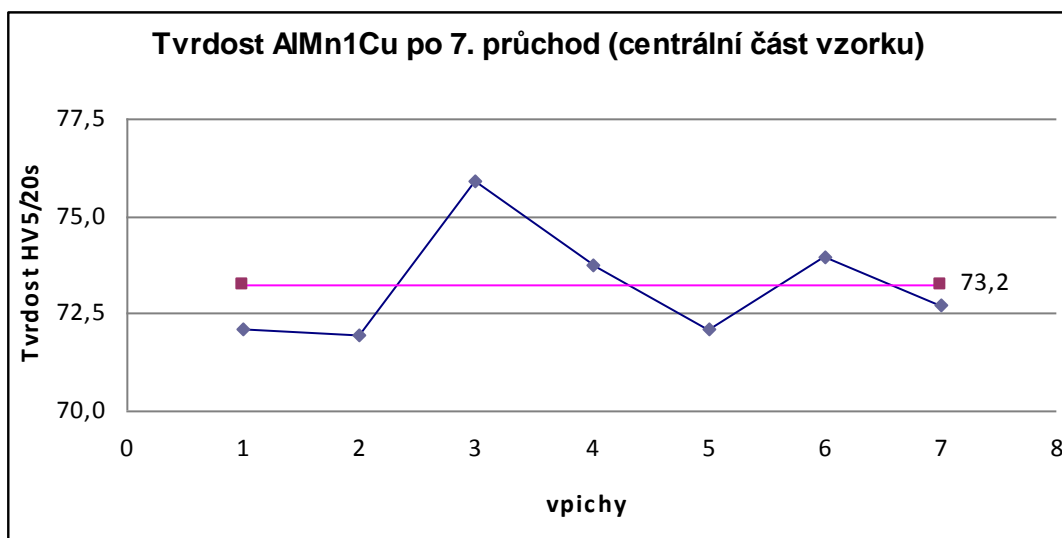
3.5.2 Měření tvrdosti dle Vickerse slitiny AlMn1Cu

Tvrdość ve slitině AlMn1Cu byla rovněž měřena na povrchu a v centrální části vzorku. Vpichy na povrchu byly provedeny v podélném a příčném směru. V centrální části jsem provedl měření tvrdosti v podélném směru, který je roven směru válcování. Největšího zvýšení tvrdosti bylo dosaženo již po 1. průchodu nástrojem 54.5HV, poté byl zaznamenán pomalejší růst tvrdosti se zvyšujícím se počtem průchodů. Při 5. průchodu byla změřena tvrdost 70,2 HV na povrchu, což představuje nárůst tvrdosti o 100% oproti výchozímu stavu. Po dalších průchodech se již tvrdost výrazně nezvyšovala. Po 7. průchodu bylo dosaženo průměrné tvrdosti 73,2 HV (graf.3.5.3). Při experimentech na zmíněné slitině jsem se zaměřil na ověření vývoje tvrdosti na povrchu a ve středu vzorku.

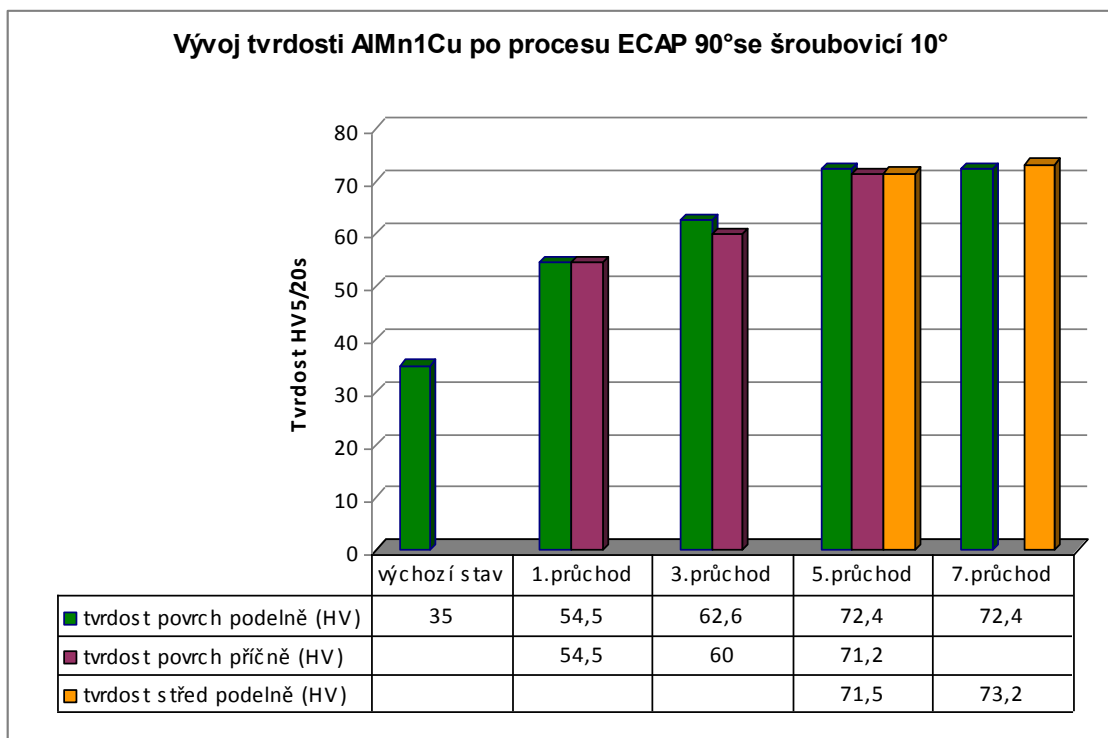
Z naměřených hodnot je dobře popsitelný fakt, že se tvrdost v centrální části výrazně neliší od dosažené tvrdosti na povrchu vzorků při stejném počtu průchodů nástrojem (graf.3.5.4). Toto zjištění koresponduje se stanovením vývoje tvrdosti u hliníku 99.5%. Dále byla tvrdost měřena v příčném a podélném směru, kde při stejném počtu průchodů také nebyla dosažena různá průměrná tvrdost.

Z naměřených hodnot vyplývá, že tvrdost dosažená ve směru válcování HV_1 (stanovená z úhlopříčky d_1) je výrazně vyšší než tvrdost HV_2 dosažená ve směru úhlopříčky d_2 (kolmo na směr válcování). Tato odchylka je zobrazena na grafu 3.5.5. Jev lze vysvětlit tak, že vzorky AlMn1Cu pro experimenty byly vyrobeny z válcovaných pásů. Vlivem válcování došlo ke zpevnění materiálu ve směru válcování, což se projevilo zvýšením tvrdosti HV_1 a zároveň se projevilo efekt velké intenzity deformace.

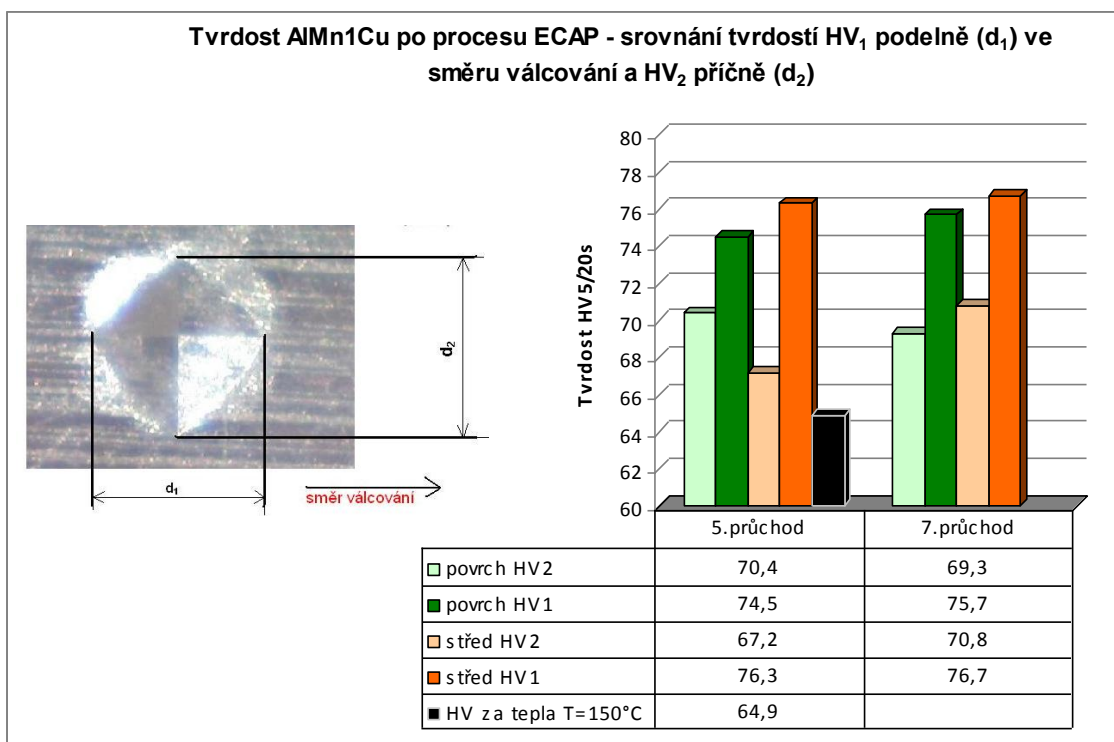
Velká intenzita deformace po 5. průchodu 5,8 a po 7.průchodu 8,6 způsobila prodlužování zrn ve směru deformace stříhem, což vedlo ke zpevnění materiálu v daném směru.



Graf 3.5.3 – Naměřené hodnoty po 7.průchodu v centrální části vzorku

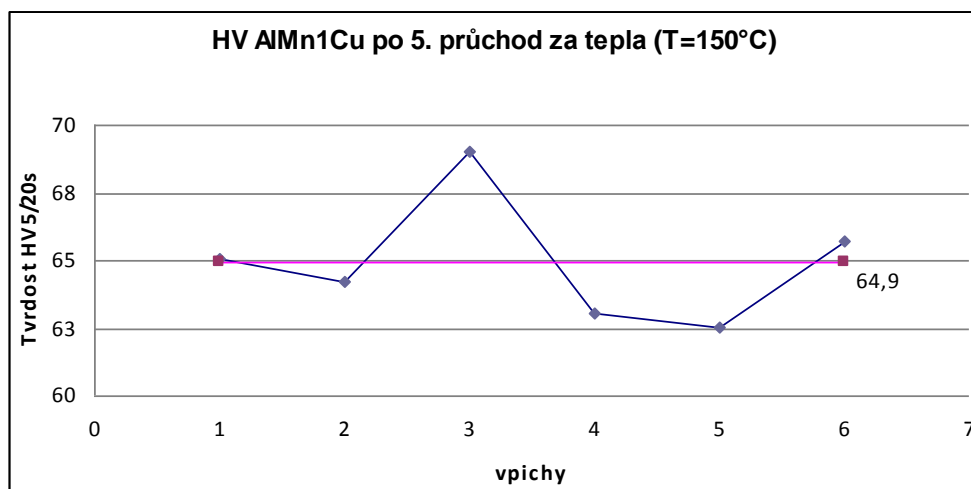


Graf.3.5.4 – závislost tvrdosti slitiny AlMn1Cu na počtech průchodů



Graf 3.5.5 – odchylka tvrdosti HV₁ a HV₂ ve směru válcování

Vlivem procesu ECAP bylo dosaženo výrazného zvýšení hodnot tvrdosti. Proces lze tedy z hlediska dosažené tvrdosti hodnotit jako velmi efektivní. Díky srovnání tvrdosti čistého hliníku tvářeného klasickým kanálem ECAP mohou říci, že nová geometrie nástroje výrazně zvyšuje dosaženou tvrdost, přičemž nejvýraznějšího nárůstu bylo dosaženo již po 1. průchodu nástrojem.



Graf 3.5.6 – tvrdost AlMn1Cu po 5. průchodu při teplotě protlačování T=150°C

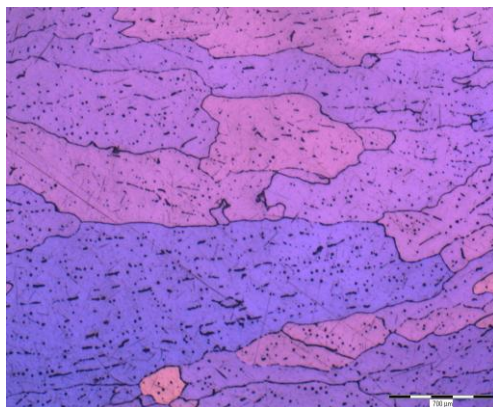
Na slitině AlMn1Cu jsem ověřoval také vliv teploty protlačování T=150°C na proces ECAP. Z křivek přetvárných odporů, které jsem uvedl v předchozí kapitole vyplývá pokles zpevnění. Z měření tvrdosti po 5. průchodu nástrojem mohou

konstatovat, že došlo ke snížení tvrdosti na 64.9 HV (graf 3.5.6). Pokles tvrdosti není výrazný, ale dá se předpokládat, že s dalším zvýšením teploty by tvrdost klesala mnohem více. Tento závěr koresponduje s obecnými platnostmi, které platí pro tváření SPD metodami. Konkrétně pak s faktem, že tváření by mělo probíhat při nízkých homogenických teplotách blížících se pokojové teplotě.

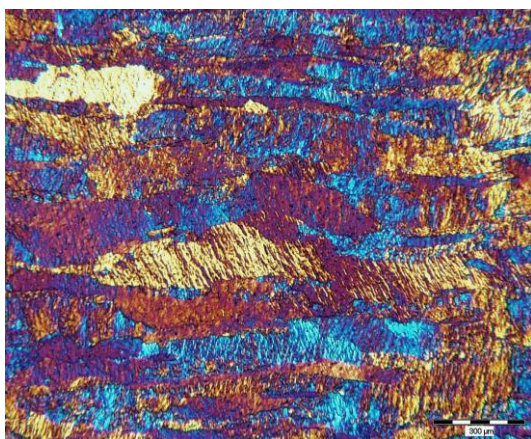
3.6 Metalografické hodnocení struktury

K hodnocení mikrostruktury vzorků byl použit optický mikroskop. Vzorky pro metalografické pozorování byly připraveny ze slitiny AlMn1Cu a z hliníku 99.5% v příčném a podélném směru. Úprava těchto vzorků pro mikroanalýzu byla prováděna na laboratorních kotoučových bruskách za pomoci brusných papírů na bázi SiC o drsnostech 400, 600, 800, 1000, 1500 a 2500. Broušení vzorků probíhalo za mokra. Dále byly vzorky leštěny na jemném zeleném suknu za pomoci suspenze Al_2O_3 . Následně byly vzorky opláchnuty proudem vody, postříkány lihem a vysušeny pomocí horkého vzduchu. Posledním krokem bylo leptání vzorků, jehož cílem je vyvolání mikrostruktury vzorků. Leptání slitiny AlMn1Cu bylo prováděno elektrolyticky v leptadle A2 39V/9/15s a hliník 99.5% byl leptán také elektrolyticky a to v HBF₄ 22V/2/45s. Po provedení leptání byly vzorky pečlivě omyty proudem vody, lihem a opět vysušeny horkým vzduchem. Příprava vzorků pro hodnocení mikrostruktury proběhla na fakultě materiálů a materiálového inženýrství. Vzhledem k obtížnému vyvolání struktury silně deformovaných vzorků po procesu ECAP, bylo možno pozorovat vzorky pouze v polarizovaném světle. Struktura hliníku 99.5% je zobrazena na obr.3.6.1.

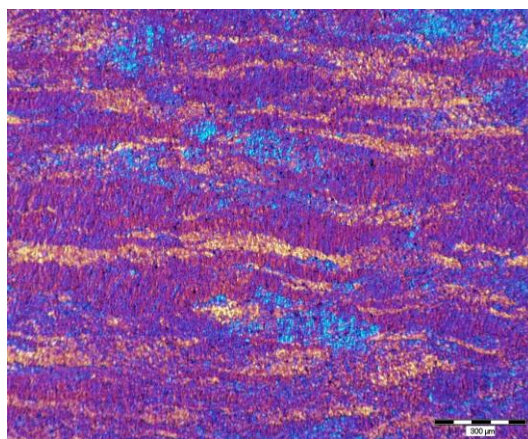
Struktura hliníku ve výchozím stavu je tvořena velkými zrny s vyloučením nečistot, vzhledem k tomu, že je použito hliníku běžné čistoty, komerčně vyráběného pro průmyslové využití. Identifikaci jednotlivých zrn je po velké deformaci velmi obtížná. Nelze tyto struktury detailně vyhodnotit v běžném pozorování, při pozorování v polarizovaném světle je možno usuzovat na rostoucí stupeň deformace podle hustoty barevně rozlišených oblastí.



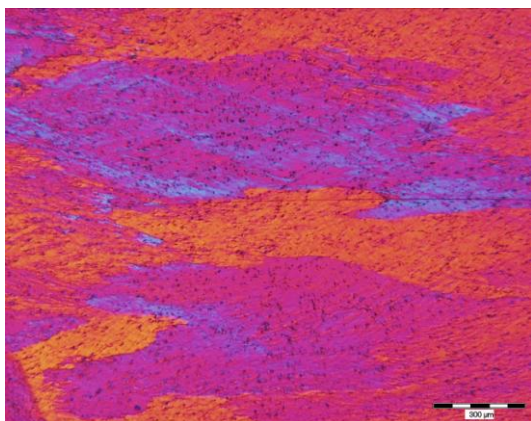
a) výchozí stav



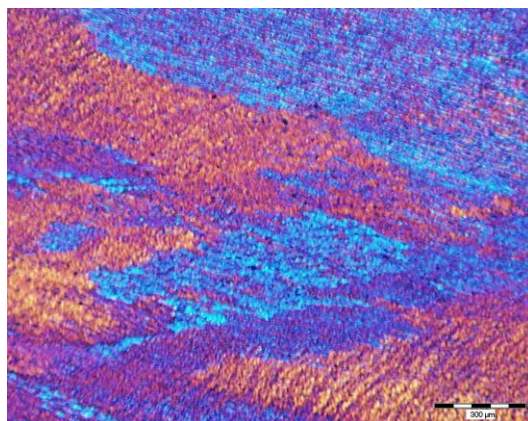
b) 1.průchod příčný řez



c) 5.průchod příčný řez



d) 1.průchod podélný řez



e) 5. průchod podélný řez

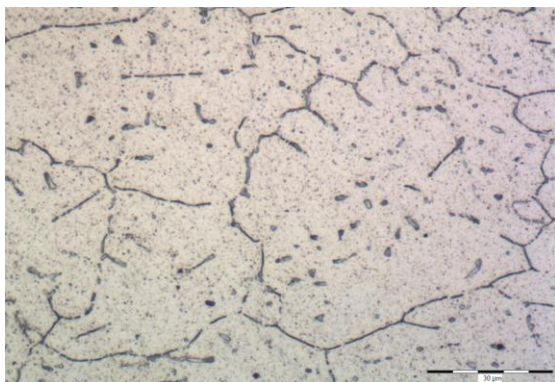
Obr.3.6.1 – Optický mikroskop, struktura hliníku 99.5% a) –e)

Na snímcích z optického mikroskopu je možno pozorovat větší hustotu těchto pásů s rostoucím stupněm deformace při zvyšování počtu průchodů. Rovněž je vidět, že při aplikaci procesu ECAP s rostoucím počtem průchodů probíhá deformace ve více skluzových systémech. Dále z těchto obrázků je vidět větší protažení v podélném směru.

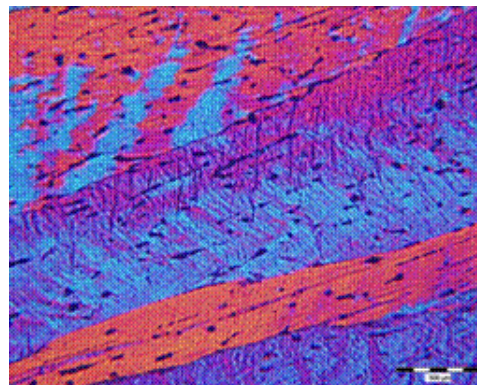
Při předpokládané střední velikosti zrn pod 1 μm po procesu ECAP, lze tento

předpoklad ověřit pouze pozorováním na elektronovém transmisním mikroskopu. Snímky z TEM byly pořízeny pouze pro slitinu AlMn1Cu, proto nelze stanovit velikost dosaženého zrna. Ovšem na základě výsledků prezentovaných v rešeršní části lze odhadnout velikost zrna, s ohledem na vývoj tvrdosti ve vzorku a výsledků struktury z optického mikroskopu.

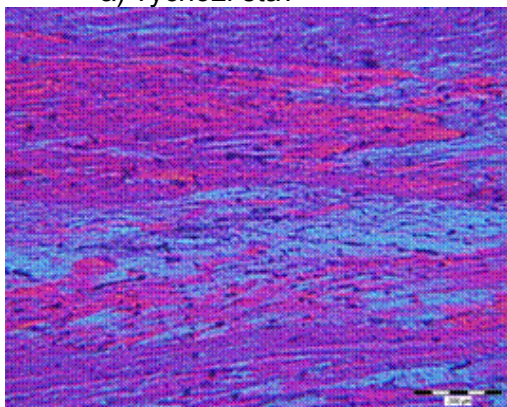
Při pozorování vývoje struktury ve slitině AlMn1Cu (obr.6.2.2) na optickém mikroskopu bylo dosaženo podobných závěrů jako při hodnocení čistého hliníku. Z toho důvodu byly ve spolupráci z Polskou akademií věd v Krakowie pořízeny snímky z TEM pozorování po 7. průchodu nástrojem ECAP v příčném řezu vzorkem. Ze snímku lze stanovit dosaženou velikost zrna. Ve struktuře po 7. průchodu byla stanovena střední velikost zrna na 250 nm (obr.2.6.3). Slitina AlMn1Cu je prakticky eutektoidního složení a je tvořena příslušným eutektikem binární soustavy Al – Mn s pravděpodobným vyloučením precipitátu Cu, vzhledem k tomu, že měď je za normální teploty prakticky nerozpustná, což lze vidět na snímcích z TEM.



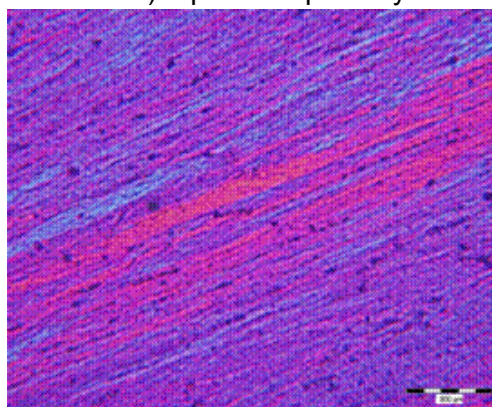
a) výchozí stav



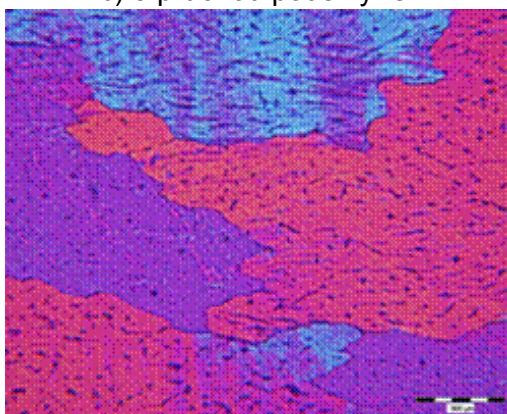
b) 1.průchod podélný řez



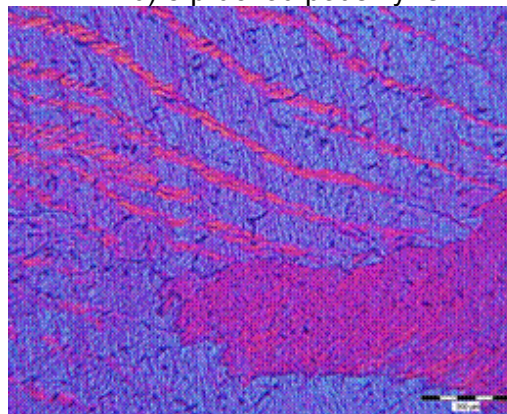
c) 3.průchod podélný řez



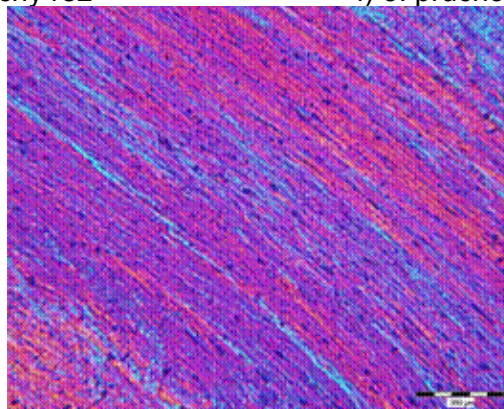
d) 5.průchod podélný řez



e) 1.průchod příčný řez



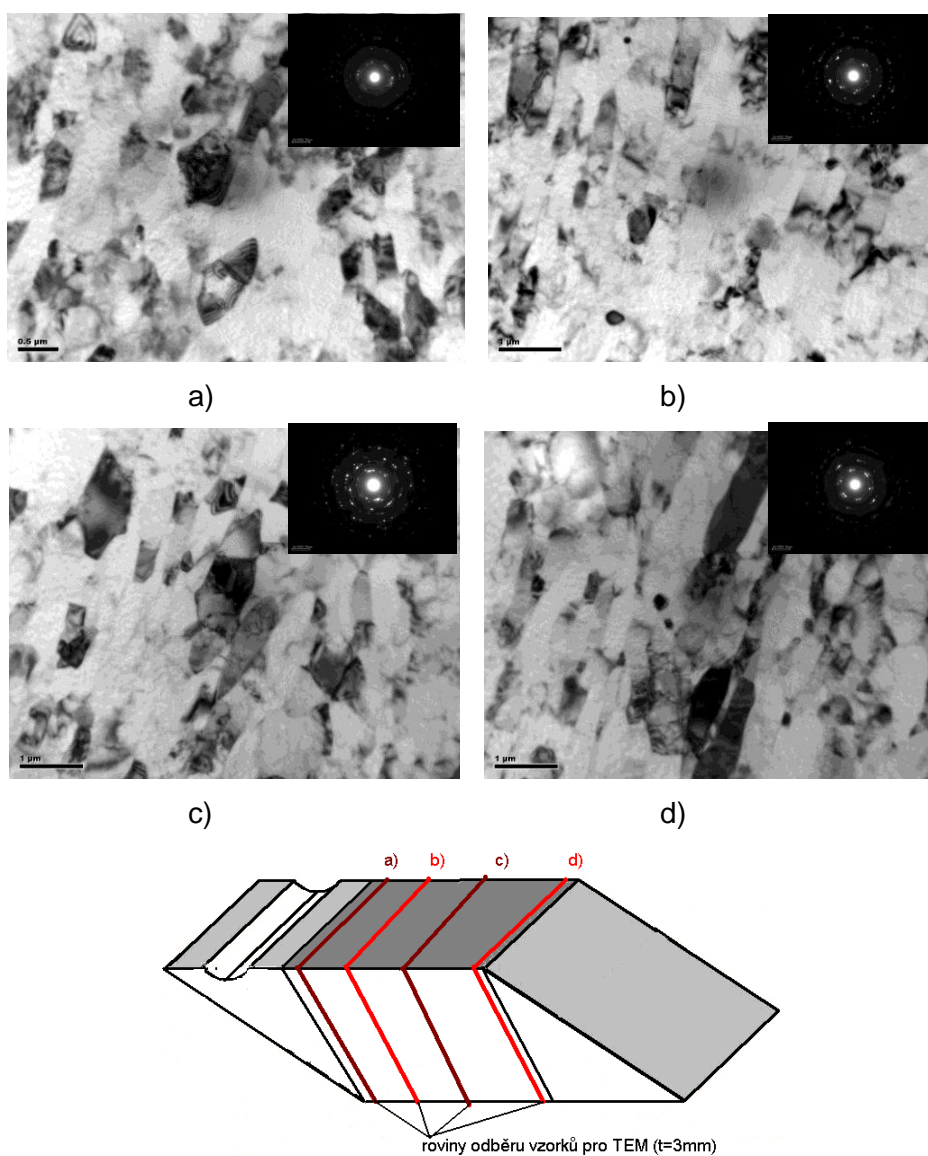
f) 3. průchod příčný řez



g) 5. průchod příčný řez

Obr. 6.2.2 – Optický mikroskop, struktura slitiny AlMn1Cu a) -g)

Jak jsme uvedl výše, pro lepší hodnocení struktury bylo provedeno TEM pozorování slitiny AlMn1Cu po 7. průchodu nástrojem ECAP se šroubovicí 10° . Ze vzorku po 7. průchodu byly odebrány disky tloušťky 3 mm. Tyto disky pak byly dále broušeny a leštěny na výslednou tloušťku 0.13-0.15 mm, vznikly tak vzorky a)-d) obr. 2.6.3. Poté bylo provedeno pozorování těchto vzorků na TEM mikroskopu Philips Tecnai-20 (urychlující napětí 200kV). Závěrem bylo stanovení průměrné velikosti zrna na 250 nm. Struktura se skládá ze zrn o přibližně stejné velikosti. Šedě až černě zabarvená zrna na snímcích obsahují krystaly jak Mn tak Cu a v základní Al matici působí jako precipitáty, které zpevňují daný materiál a brání sekundárnímu růstu zrn. Existence precipitátů je velmi důležitá, neboť čistý hliník má po procesu ECAP tendenci ke zhrubnutí zrna, čímž ztrácí dosažené mechanické vlastnosti.



Obr.2.6.3 – TEM snímky AlMn1Cu po 7. průchodu a)-d) místa odběru vzorků pro TEM ve zkoumané oblasti viz. schéma pod snímky

4 MATEMATICKÁ SIMULACE

Matematická simulace byla provedena za účelem srovnání výsledků s dosaženými experimenty. Simulace byla provedena v programu SinuFact Forming. Tento program je založen na metodě konečných prvků. Program je vhodný pro 3D simulace, kde je zohledněna heterogenita materiálu. Lze tak dobře popsat chování materiálu během procesu ECAP. Zkoumaným parametrem při simulaci byla intenzita deformace v průběhu procesu. Matematickou simulaci jsem provedl na slitině AlMn1Cu. Výsledky, kterých bylo dosaženo matematickou, lze srovnat s vypočtenou hodnotou intenzity deformace dle vztahu (2). Intenzita deformace je velmi vhodným parametrem hodnocení vývoje struktury, neboť bylo ověřeno, že velká intenzita deformace $\varepsilon_{VM} > 4$ je předpokladem pro vytvoření velmi jemnozrnné struktury.

Při simulaci byly nejprve stanoveny okrajové podmínky, přičemž nástroj ECAP s nově vyvinutou geometrií byl brán jako tuhé těleso. Geometrie kanálu byla zvolená shodná s geometrií nástroje viz kapitola 3.1. Z toho vyplívá, že nebylo uvažováno s opotřebením nástroje v důsledku protlačování. Okrajové podmínky pro simulaci jsou uvedeny v tab.4.1.

parametry tvářeného materiálu:	AlMn1Cu
Modul pružnosti - E	72 000 MPa
poissonova konstanta - ν	0,33
hustota - ρ	2700 kg.m ⁻³
mez kluzu (minimální) - R _e	140 MPa
parametry procesu	ECAP 90° šroubovice 10°
geometrie kanálu	kanál 15x15 mm R ₁ =0,2mm; R ₂ =2,5mm; $\Phi=90^\circ$; $\Psi=9^\circ 30'$
rychlost protlačování - v	0,5 mm.s ⁻¹
koeficient tření - f	0,1
teplota okolí - T _o	20°C
teplota nástroje - T _n	20°C
teplota materiálu - T _m	20°C
materiál nástroje	Hotvar®

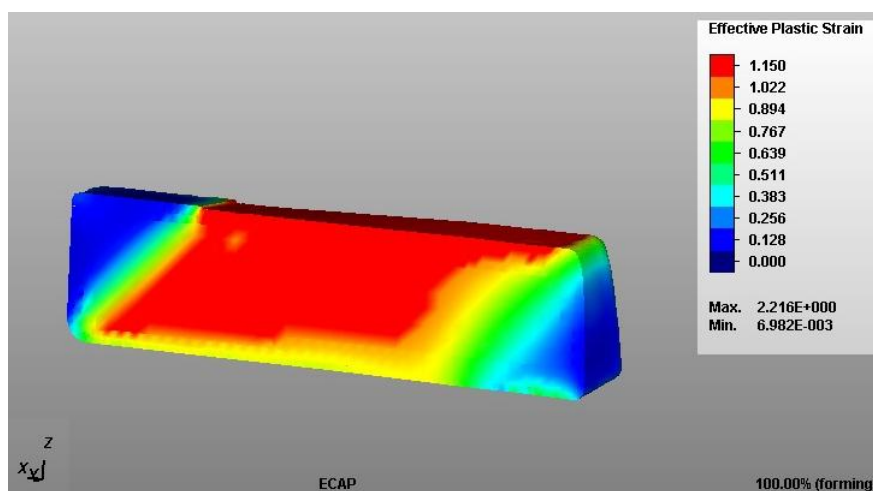
Tab. 4.1 – parametry simulace

Výsledky simulace uvádím na obr. 4.1,4.2 a 4.3. Kde je uvedena velikost dosažené intenzity deformace po 1., 3., 5. průchodu nástrojem. Z hlediska dosažení maximální intenzity deformace jsou výsledky simulace velmi dobré. Po prvním průchodu byla dosažena deformace 1,15 ve velkém objemu vzorku. Maximální

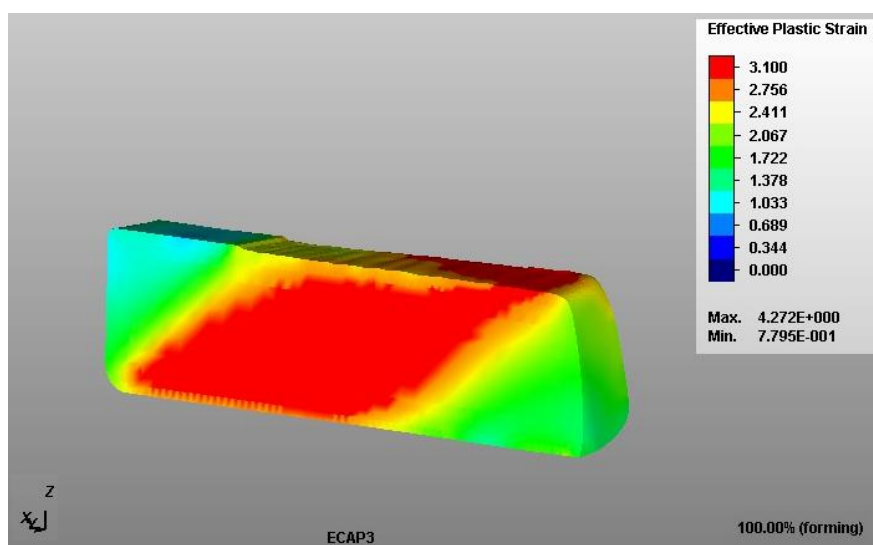
deformace pak byla 2,21. Po 3. průchodu deformace dosáhla hodnoty 3,1. Maximální velikost deformace byla simulací určena na 4,27. Po 5. průchodu se již deformace pohybovala kolem 5,0, maximální intenzita deformace dosáhla hodnoty 5,56. Hodnota maximální deformace po 5. průchodu již byla menší než vypočtená hodnota ze vztahu (2) (tab.4.2).

Počet průchodů	1.	3.	5.
ε_{VM} (intenzita deformace vypočtená)	1,23	3,69	6,14
ε (intenzita deformace simulovaná)	2,21	4,27	5,81

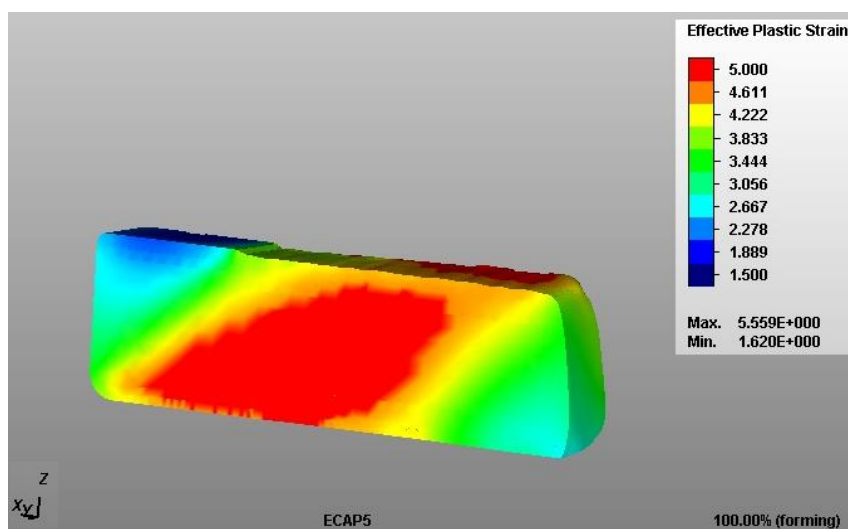
Tab. 4.2 – srovnání dosažených hodnot intenzity deformace



Obr. 4.1 – Rozložení intenzity deformace (1. průchod nástrojem)



Obr. 4.2 – Rozložení intenzity deformace (3. průchod nástrojem)



Obr. 4.3 – Rozložení intenzity deformace (5. průchod nástrojem)

Matematická simulace má v dnešní době nezastupitelnou funkci. Slouží hlavně k prvnímu přiblížení chování daného materiálu během procesu jeho namáhání apod. Výsledky intenzity deformace dosažené simulací mají větší vypovídací hodnotu, neboť je do výpočtu zahrnuto mnohem více parametrů, které ovlivňují proces ECAP. Ovšem samotná simulace má také jisté omezení. Při hlubším zkoumání vývoje napětí ve struktuře, by bylo vhodné zohlednit další parametry např. materiál nástroje a jeho pevnostní vlastnosti s ohledem na opotřebení vlivem počtu průchodů. Ovšem v mém případě nebylo potřeba hlubšího zkoumání napětí. Mým cílem bylo pouze zjistit průběh intenzity deformace. Z tohoto důvodu jsem výše jmenované parametry neuvažoval do výpočtu.

Při srovnání dosažených výsledků simulace z výsledky vypočtenými vyplývá, že vyšší deformace bylo dosaženo po 1. a 3. průchodu matematickou simulací, ale po 5. průchodu již byla větší vypočtená deformace. Je nutno podotknout, že se jedná o empirický vztah, který lze ověřit měřeními zbytkových pnutí ve tvářeném materiálu po jednotlivých průchodech. Přínosem simulace tak hlavně bylo zjištění rozložení intenzity deformace po průřezu materiálu, což výpočet neumožňuje.

5 CELKOVÉ VYHODNOCENÍ VÝSLEDKŮ

Dle dosažených výsledků rozsáhlého systematického experimentálního měření je možno objektivně posoudit efektivitu procesu ECAP s nově vyvinutou geometrií. Získané výsledky lze dobře srovnat s jinými autory. Pro hodnocení efektivitu procesu jsem použil experimentálně stanovené křivky přetvárných odporů, měření tvrdosti dle Vickerse a metalografické hodnocení struktury. Zkušební materiál byl vybrán s ohledem na možnost srovnání výsledků s jinými experimenty a také s ohledem na využitelnost výsledků v průmyslové praxi.

Porovnáme-li výsledky křivek přetvárných odporů, pak lze konstatovat, že vyšší počet průchodů obecně vede ke zvýšení zpevnění materiálu. U čistém hliníku 99,5% a slitiny AlMn1Cu byl pozorován větší nárůst přetvárného odporu se zvyšujícím se počtem průchodů. Také se projevil větší vliv šroubovice, která zvýšila přetvárný odpor o 50 MPa po 1. průchodu. Důležitým závěrem také je, že v důsledku úpravy kanálu šroubovicí se stoupáním 10° se přetvárný odpor zrovnoměnil.

Výsledky dosažené u slitiny AlMn1Cu, lze porovnat velmi dobře z výsledky dosaženými na katedře mechanické technologie v předchozích letech. Srovnáním výsledků dosažených při tváření klasickým kanálem ECAP s výsledky nově vyvinuté geometrie se jeví nový nástroj ECAP efektivnější z hlediska dosažení potřebného zjemnění struktury.

Porovnáám-li materiály dle dosažených tvrdostí po jednotlivých průchodech, je zřetelný nárůst tvrdosti již po 1. průchodu. Maximální naměřená tvrdost v čistém hliníku 99,5% je 56,4 HV. Rozdíl mezi hodnotou ve středu vzorku a hodnotou na povrchu činí pouze 2,9 HV. Ve slitině AlMn1Cu jsou výsledky tvrdosti na povrchu a v centrální části téměř shodné, tvrdost je 73,2 HV a 72,4 HV po 7. průchodu nástrojem. Ovšem zejména u slitiny AlMn1Cu byl pozorován výraznější rozdíl mezi hodnotami tvrdosti daného vpichu v podélném směru HV_1 a příčném směru HV_2 . Nárůst 6-10 HV v podélném směru přičítám tomu, že vzorky byly před procesem ECAP válcovány, což způsobilo zpevnění ve směru válcování, tedy ve směru HV_1 a také lze přisoudit tento vývoj chování v materiálu velké intenzitě deformace 5,8 a 8,6 po 5. resp. 7. průchodu. Při ověřování vlivu teploty na proces ECAP jsem došel k závěru, že vyšší teplota snižuje tvrdost materiálu, což také koresponduje s dosaženými křivkami přetvárného odporu při teplotě $T=150^\circ\text{C}$. Výsledná tvrdost za tepla byla 64,9 HV (tab.5.1).

Z metalografického hodnocení struktury optickým mikroskopem nelze posoudit vlivem velkého plastického přetvoření v materiálu výslednou velikost zrn. Lze pouze konstatovat, že se zvyšujícím se počtem průchodů roste hustota barevně rozlišených oblastí v polarizovaném světle. Dochází také k protahování těchto oblastí se zvyšujícím se počtem průchodů. Tento vývoj byl pozorován v čistém Al 99,5% i ve slitině AlMn1Cu.

Z TEM pozorování, které bylo provedeno ve slitině AlMn1Cu po 7. průchodu nástrojem ECAP, můžeme stanovit průměrnou velikost zrna 200-250 nm. Zároveň lze charakterizovat strukturu složenou ze zrn o stejných velikostech. Je také zřejmé, že jsou zrna relativně rovnoosá. Ve struktuře převažují vysokoúhlové hranice zrn.

Dále pak byla provedena matematická simulace procesu, kdy se hodnotila intenzita deformace a její rozložení v materiálu. Závěrem bylo zjištění, že deformace po 5. průchodu dosáhla intenzity deformace 5,8, což je hlavní předpoklad vytvoření velmi jemnozrnné struktury. Tento výsledek byl potvrzen pozorováním na TEM.

materiál	teplota při protlačování	parametry nástroje ECAP šroubovice 10°		počet průchodů	dosažená tvrdost	střední velikost zrna(TEM)
		úhly kanálu	deformační cesta			
Al 99,5%	20°C	$\Phi = 90^\circ$ $\Psi = 9^\circ 30'$	B _C	5	53,5 HV	-
AlMn1Cu	20°C	$\Phi = 90^\circ$ $\Psi = 9^\circ 30'$	B _C	7	72,4 HV	250 nm
AlMn1Cu	150°C	$\Phi = 90^\circ$ $\Psi = 9^\circ 30'$	B _C	5	64,9 HV	-

Tab.5.1 – Dosažené výsledky

6 ZÁVĚR

V mé diplomové práci bylo dosaženo následujících cílů:

- V teoretické části byl proveden rozbor studované problematiky, zaměřený na rešerši současného stavu vývoje metod tváření využívajících vícenásobnou plastickou deformaci s ohledem na vývoj mechanických vlastností a struktury u hliníku a jeho slitin.
- V experimentální části práce jsem provedl měření tvrdosti a zjišťoval průběh přetvárného odporu u procesu ECAP s cílem ověření efektivity nástroje s nově vyvinutou geometrií.
- Dále jsem provedl ověření vlivu počtu průchodů nástrojem ECAP se šroubovicí 10° na mechanické vlastnosti a strukturu u slitiny AlMn1Cu a Al 99,5%
- Pro srovnání experimentů byla provedena matematická simulace procesu, kde byla hodnocenou veličinou intenzita deformace a její rozložení v materiálu
- Z výsledků lze konstatovat, že navržená geometrie nástroje zefektivňuje proces ECAP s nově vyvinutou geometrií, což je pozorováno zvýšením celkové tvrdosti v materiálu a dosažení vyššího přetvárného odporu v materiálu než u klasického nástroje ECAP což má základní vliv na zjemnění struktury a dosažení střední velikosti zrna 250 nm ve slitině AlMn1Cu

Seznam použité literatury

- [1] [URL: <<http://hunch.net/~yan/talks/application.ppt>> [cit. 2010-5-18]
- [2] PETCH, N. J. - *The Cleavage Strength of Polycrystals*. 1st edition. J. Iron Steel Inst. 1953. 174, s. 25
- [3] COTTRELL, A. H. - *Trans. TMS-AIME*. 1st edition. 1958. s. 192
- [4] LI, J. C. M. - *Trans. TMS-AIME*. 1st edition. 1963. str. 227
- [5] MYERS, M. A., ASHWORTH, E. - *Phil. Mag. A*. 1st edition. 1982. s. 737
- [6] SURYANARAYANA, C. - *The Structure and Properties of Nanocrystalline Materials: Issues and Concerns*. 1st edition. 9/2002. s. 24
- [7] URL: <<http://www.345.vsb.cz/jiripetruselka/TTV/02FyzikaTT10.pdf>> [cit. 2010-5-18] s. 26-28
- [8] SONG, R., PONGE, D., RAABE, D. - *Grain Boundary Characterization and Grain Size Measurement in an Ultrafine Grained Steel*. 1st edition. 2005. 12 s.
- [9] PRAGNELL, P. B., BOWEN, J. R., GHOLINIA, A. - *The Formation of Submicron and Nanocrystalline Braun Structures by Severe Deformation*. 1st edition. 2001. s. 105
- [10] VALIEV, R. Z., ISLAMGALIEV, R. K., ALEXANDROV, I. V. - *Bulk Nanostructured Materials from Plastic Deformation*. 1st edition. 2000. s. 103
- [11] IWAHASHI, Y. - *Principle of Equal-channel Angular Pressing for the Processing of Ultra-fine Grained Materials*. 1st edition. 1996. s. 143
- [12] M SARAVANAN, R., PILLAI, M., PAI, B. C., BRAHMAKUMAR, M., RAVI, K. R. - *Equal channel angular pressing of pure aluminium—an analysis*. 1st edition. 12/2006. 6 s.
- [13] NAKASHIMA, Y. - *Influence of Channel Angle on the Development of Ultrafine Grains in Equal-channel Angular Pressing*. 1st edition. 1998. 15 s.
- [14] STOLYAROV, V.V., LAPOVOK, R., BRODOVA, I.G., THOMSON, P.F. - *Ultrafine-grained Al_5 wt.% Fe alloy processed by ECAP with backpressure*. Materials Science and Engineering A357. 2003. s. 159- 167
- [15] URL: <http://hunch.net/~yan/papers/PHMM_2-2005.pdf> [cit. 2010-5-18]
- [16] ORLOV, D., BEYGELZIMER, Y., SYNKOV, S., VARIUKHIN, V., HORITA, Z. - *Evolution of Microstructure and Hardness in Pure Al by Twist Extrusion*. Materials Transactions Vol. 49. No.1. 2008. 6 s.

- [17] URL: <http://www.ctan.cz/databaze/nicro_1/kl_1200.pdf> [cit. 2010-5-18]
- [18] URL:
<<http://ime.fme.vutbr.cz/files/Studijni%20opory/zmv/zkouska%20tvrlosti%20po dle%20vickerse.doc>> [cit. 2010-5-18]

Seznam příloh

příloha A – HOTVAR® (mechanické vlastnosti materiálu HOTVAR® jeho tepelné zpracování a chování materiálu po zpracování různými technologiemi)

Děkuji prof. Ing. Stanislavu Ruzzovi, CSc z katedry mechanické technologie a doc. RNDr. Lubomíru Čížkovi, CSc.z fakulty materiálů a materiálového inženýrství VŠB-TU Ostrava za cenné rady a podněty při vypracovávání mé diplomové práce.